# 別紙 4

基本要領 I の第 4 農産物検査の実施

標準計測方法の運用、検査機器の仕様・精度の確認、その他試験等の方法マニュアル

I 標準計測方法の運用等について	$\cdot \cdot \cdot 4 - 1$
第1 器具器材の取扱い等	$\cdot \cdot \cdot 4 - 1$
第2 標準計測方法の運用	· · · 4 - 5
Ⅱ 検査機器関係	• • • 4 – 2 1
第1 検査機器の仕様確認等	• • • 4 – 2 1
第2 検査機器の精度管理	• • • 4 – 2 2
Ⅲ 農産物の品質調査等に伴う試験方法	• • • 4 – 2 4
IV 農産物の生産年度等の理化学測定	4 - 41
〇 別表1 温度・湿度に基づく水分補正値の早見表	• • • 4 – 4 9
〇 別表 2 ブラウエル穀粒計指度換算表	• • • 4 - 5 0
別紙 電気水分計仕様確認(穀物の水分計の点検試験方法)	• • • 4 - 5 1
別紙様式 農産物検査に関する検査機器の仕様確認申請書	• • • 4 - 5 5

# 別紙4

# 標準計測方法の運用、検査機器の仕様・精度の確認、 その他試験等の方法マニュアル

#### I 標準計測方法の運用等について

品位等検査と成分検査は、農産物検査法施行規則(昭和26年5月19日農林省令32 別表1「温度・湿度に基づく 号) 第6条第2項及び第8条第2項に基づく標準計測方法(平成13年3月14日農林 | 水分補正値の早見表」 水産省告示第332号) に定めるもののほか、以下により行う。

## 第1 器具器材の取扱い等

#### 1 化学天びんの操作

#### (1)使用条件

ア 振動や風の影響を受けない丈夫な台の上に置き、水平指示器が水平を示 すように調整する。定期的に水平状態になっていることを確認する。

- イ 直射日光が当たる場所やほこりの多い場所は避けるとともに、強力な電 波や磁気にも注意し、外来電源ノイズの影響を極力防ぐためにできるだけ 単独の電源を用いる。
- ウ ひょう量は、電源スイッチを入れてから十分な時間(機種により異なる が、少なくとも30分以上)をとり、装置を安定させて行う。
- エ 安定させた後にゼロ点調整を行う。連続測定する場合でも、ひょう量の 都度ゼロ点調整を行う。

# (2) ひょう量操作

ひょう量物をひょう量皿の中央に載せて測定し、指度が安定したことを示 すマークが表示されたときの数値が測定値である。マーク表示後も測定値は 刻々変化する場合があるので、最初に安定したときの値を読む。

# (3) 測定上の留意点

少なくとも月に一度は、基準分銅による点検・調整(キャリブレーション) を行う。現在のほとんどの機種は、装置内部に基準分銅を持っており、キャ リブレーション操作の機構が組み込まれているので、操作はそれぞれの機種 の方法により行う。機種によってはキャリブレーション操作を行うように注 意表示をするものもあるので、その場合は表示の都度行う。

#### 2 試薬及びガラス器具の取扱い方法

定量実験に用いる試薬、試液及び標準液(以下「試薬等」という。)並びに ガラス器具は、正しい取り扱いをしないと、危険であり正確な測定値を求める ことはできない。

#### (1) 試薬びんの栓の取扱い

試薬びんの栓は、栓が汚れたり、他のびんの栓と取り違えるおそれがある

別表2「ブラウエル穀粒計指 度換算表

ので、極力机上に置かないようにする。置かなければならないときは上向き とする。

# (2) 試薬ラベルの取扱い

ラベルの表示が試薬びんの口から漏れた液により消えることがあるので、 他の容器へ試薬等を移す場合は、試薬びんのラベル面を下にせずに手のひら 側になるように持つ。

# (3) 試薬等の取扱い

- ア 試薬等が不純になるおそれがあるので、一度他の容器に入れた試薬は再 びもとのびんに戻してはならない。
- イ 試薬等が不純になるおそれがあるので、試薬びんの中に直接ピペット類 や器具を入れてはならない。
- ウ 試薬等をピペット類で量り採る場合、安全のために、ピペットは直接口で吸わずに必ずピペッターを使用する。

# 3 有機溶剤を使用する場合の注意事項

有機溶剤を大量吸入等すると、人体への影響として頭痛、倦怠感、めまい、 貧血及び肝臓障害等が発生するおそれがあるので、測定者の安全及び火災防止 の観点から下記事項に留意して取り扱う。

# (1) 有機溶剤の蒸発防止

- ア 溶剤を入れた容器で使用中でないものは、必ずふたをする。
- イ ガラスびんは、使用の直前にねじふたを開け、使用後は確実にねじふた を閉める。
- ウ 測定操作中に、有機溶剤を入れた三角フラスコ等を実験台にしばらく放置するような場合には栓をする。栓付きでないフラスコ等の場合は、ビーカー等をかぶせる。

## (2) 有機溶剤の使用量

- ア 当日の測定に直接必要な量以外は、測定室に持ち込まない。
- イ 測定室内には必要最小限の有機溶剤しか置かない。
- ウ 有機溶剤の廃液はこまめに廃液入れに移す。
- エ 測定中に有機溶剤をこぼした場合は、速やかに拭き取り、窓を開けて換 気する。

# (3) 有機溶剤を使用した分析の注意事項

有機溶剤の大量吸気をさけるため以下の環境で行う。

- ア実験は、ドラフトチャンバー内でおこなう。
- イ 必要に応じて窓を開け換気する。
- ウ 換気扇を使用する等、常に室内換気に努め、できるだけ風上で実験する。

#### (4) 有機溶剤を他の容器への移し入れ

- ア 有機溶剤を他の容器に移す場合は、ゆっくりていねいに行う。
- イ 万一皮膚についた場合は、速やかに洗い流す。必要であれば石鹸を使用 する。

# (5) 有機溶剤を入れた容器の洗浄

ア 廃液は廃液入れに移し、容器はドラフト内に置いて乾かし残液を減らす。 イ 湯を使わず水で良く洗い流す。

# 4 溶液の濃度

# (1) パーセント濃度

パーセント濃度とは、溶液の濃度について、溶液に占める溶質の割合を百分率 (%) で表したものである。溶液量、溶質量を重量で表す場合に重量パーセント濃度 (w/w%) としており、液体どうしの混合液のように体積 (容積) の方が測りやすい場合には体積で表して体積パーセント濃度 (v/v%)と言う。一般にパーセント濃度と言った場合は、重量パーセント濃度を表す。

パーセント濃度 (%) = 
$$\frac{溶質の量}{溶液の量} \times 100$$

#### (2) モル濃度

モル (mol) とは、物質の分子量相当のグラム数 (グラム分子量:分子数は6.02×10<sup>23</sup>個)を1単位とする量の単位である。理化学分野では、物質の量を表すのに分子量を単位とすることが便利なので使用されている。

モル濃度とは、溶液 1  $\ell$ 中に溶けている溶質のモル数で表し単位は  $\ell$  [mol/ $\ell$ ] である。

したがって、溶質の種類に関係なく、同じモル濃度で同じ体積の溶液では、 溶質の分子が同数存在することになる。

分子量Mの物質wgが、溶液vm0中に溶けているとき、その溶液のモル濃度Dは、

$$D = \frac{w}{M} \times \frac{1000}{v} \quad \text{mol/ll}$$

となる。

モル濃度の溶液の作成は、必要とするモル数に該当する重量の試薬(溶質)をひょう量して、少量の溶媒(普通は蒸留水)に溶かしてから、メスフラスコに移し、溶媒を加えて一定の容量にフィルアップする。なお、溶解のときに発熱や吸熱のため温度の変化が激しいときは、しばらく放置して常温に戻ってからメスフラスコに移して、溶媒を加える。(定容すべき溶液が高温や低温のままであると、メスフラスコは温度変化によって容積が変わるおそれがあるので常温で使用する)。

## 5 試料の調製

試料の調製は常に母体の代表制が保持できるよう留意し、試料母体が大きい 時は、特に合成縮分等の作業を慎重にとり進める必要がある。

# (1) 測定用試料の調製方法

ア 品位等検査用試料の調製

農産物検査の鑑定試料の縮分は、(2)のアの四分法又はイの試料均分器を

用いて所定量となるまで均分を行い、均分の終わった試料を(3)の転倒回 転法により混合する方法により行う。

## イ 成分検査用試料の調製

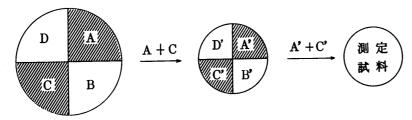
成分検査用試料は、穀粒用の試料均分器を用い、必要量となるまで、合成・縮分を繰り返し行ったものを、別に規定する粒度となるよう粉砕した上、転倒回転法により調製し、これを気密容器又は共せんガラスびんに入れ、分析試料とする。

なお、試料の調製は、努めて迅速に作業を行う。

#### (2) 一般的な調製方法

#### ア四分法

四分法は、試料を円形に平らに広げ、縦、横に分割して4等分し、対角の部位にある試料を寄せ集めて混合し縮分試料とする方法である。この操作を一回行うと試料は半分となる。更に、縮分を必要とする場合は、この操作を所定量になるまで繰り返す。



# イ 試料均分器による方法

試料均分器は穀粒用の均分器で、試料を量的及び質的に等分することが可能である。また、 $1 \log n$ 試料を $2 \sim 3 \log n$ 差で二分できる極めて性能の高い器具である。

本器は、円錐の頂点に漏斗の落し口があり、円錐の裾には円周を32又は36 等分した穴が並び一つおきに左右の排出管に連結している。

円錐部は常に水平を保ち、試料を入れ終ってからシャッターを開く。

漏斗の容量以上の試料を連続的に均分するときは、漏斗部が空にならないよう試料を補填する。

なお、均分中シャッターの開閉は行わない。

漏 斗 部 シャッター 円 錐 部 排 出 管 受 皿

試料均分器の仕様

# (3) 転倒回転法

試料瓶の中に $1/2\sim1/3$ 程度の試料を入れ、ふたをして試料瓶のふたと底とを各々の手で支え、一方向に横転しながら両端を上下に転倒しつづみ形運動させる。

# 6 精製水

イオン交換樹脂で精製した電気抵抗  $1\,M\,\Omega/cm/cm^2$ 以上の水又は蒸留法により精製した水とする。

# 第2 標準計測方法の運用

#### 1 水分

(1) 常圧加熱乾燥法

加熱乾燥法は試料を加熱して水分を蒸散させ、乾燥前後の重量差を試料の水分含量とする方法である。

# ア 装置及び器具

- (ア) 恒温乾燥器
  - a 80~150℃の範囲内で±1℃以内に調節できるロータリー型(回転棚式)を原則として用いる。

固定棚式を使用する場合(上下2段のものでは上段のみを、また、 温度計の周辺部(棚面積の1/2~1/3程度)のみを使用するようにする 等)は、あらかじめ同一試料を棚全面に並べて乾燥し、測定値のふれ の様子をみて使用可能部分を定めておく。

- b 回転棚式乾燥器を使用する場合の取扱い方法
  - (a) 温度

器内温度が表示される器種は規定の温度に表示を合わせる。 また、温度計を使用する場合には、浸線付き棒状水銀温度計とし、 温度計のたまりが棚上1cmの位置にくるように装置する。

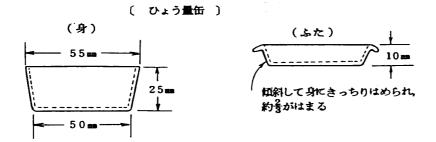
- (b) 空気穴は使用中全開にしておく。
- (c) 試料の入っているひょう量缶を恒温乾燥器に入れ乾燥させる場合には、低下した器内温度が所定温度に到達したことを確認の上、 所定時間の乾燥を行う。

#### (4) 試料粉砕器

ロールは鋼製ローレット仕上げ、焼き入れのうえクロームメッキしたものとし、ロール径25mm、回転比 2 対 1、ロール間隙 (山と山の間) 0.5 mm、ローレット目数 1 cm に 9 目、目(山)の高さ0.5 mmとする。

(ウ) ひょう量缶

次のような主要規格の密閉ふた付きアルミひょう量缶 (重量10g前後で、ふたと身に合番号が刻印されているもの)を用いる。



#### イ 測定値の補正

水分の測定値は、大気中の温湿度の影響を受けるため、測定の目的によっては測定値の補正をする必要がある。105℃乾燥法による玄米の水分測定値を温度20℃、相対湿度60%の環境における測定値に補正するときは別表1により行う。

# (2) 電気水分計による測定方法

電気水分計は測定所要時間が短く極めて能率的、実用的な水分測定器であるが、電気的特性は試料中の水分の多少以外の要素、例えば、試料の性状、成分の差によって影響を受ける。

また、比較的簡単な計器であり操作も容易であるだけに取扱いが粗雑にならないよう機器の調整、試料の取扱い、保管、その他操作全般にわたって細心の注意が必要である。

特に、供試量が少ないということは試料の代表性を欠くこともあるので、 当該試料の代表性を高めるためには測定回数を多くすることが望ましい。

# ア 電気水分計の仕様

- (ア) 直流抵抗式又は高周波容量式(国内産小麦、国内産大麦及び国内産はだか麦については、高周波容量式のみ)とし適用品目に応じた機種を用い、測定値が0.1%単位まで表示(指示)されるものを用いる。
- (イ) 測定精度については、標準計測方法に定める常圧加熱乾燥法測定値 との標準誤差が0.5%以内とし、機器メーカーで確認を行ったものを用 いる。

この場合、常圧加熱乾燥法のうち105℃乾燥法を行う試験室内の環境は、国内産小麦、国内産大麦及び国内産はだか麦については温度25℃、相対湿度75%とし、これ以外の農産物については温度20℃、相対湿度60%とする。

- (ウ) 測定範囲は、国内産もみ、国内産玄米及び国内産精米にあっては11.0%~18.0%、国内産小麦、国内産大麦及び国内産はだか麦にあっては9.0%~16.0%、外国産玄米及び外国産精米にあっては10.0%~20.0%、大豆、小豆、いんげん、そばにあっては、8.0%~18.0%が測定できるものとする。
- (エ) 使用に当たっては、直射日光、風の当たる場所、湿度の特に高い場

所、暖房の近く等は避ける。特に高周波容量式電気水分計にあっては、 振動のない安定した場所に設置する。

(オ) 持ち運びの際は特に衝撃を与えぬよう注意し、使用後は十分清掃して湿度の低い場所に保管する。

## イ 電気水分計の調整

電気水分計は長期間使用しているとその本体が構造的に、また、まれ には電気回路に変化をきたし測定値に影響を及ぼすことがある。したが って、電気水分計のメーカーにより点検を行い、その精度、あるいは修 理の要否について確認する。

# (3) 近赤外分析計による測定方法

近赤外分析計による測定方法は、近赤外線を試料に当てたときの試料による波長別の吸光度は水分の含有率と関係があることから、あらかじめ水分の含有率と吸光度との関係式を検量式として求めておき、測定した試料の吸光度を検量式にあてはめて含有量を求める方法である。

#### ア 近赤外分析計の仕様

- (ア) 機器の精度及び機器の安定が確保されていること
  - a 同一試料の反復測定における再現性は標準偏差で±0.1%以内
  - b 未知試料の測定精度は標準誤差で±0.30%以内
  - c 電圧変動の影響を受けないこと
- (イ) 日常的な分析を行うことを踏まえ、使用環境(温度、粉塵、振動等) への対応又は防護措置がとられていること
- (ウ) ユーザー自身で、検量式の作成及びバイアス又はスロープの調整が 可能なこと

# イ 検量式の作成

常圧加熱乾燥法による定量と同等の精度があると認められる近赤外分析 法は、以下の手順により検量式を作成し、管理する。

- (ア) 検量式を作成するための試料(以下「作成試料」という。)は、同一 年産で品種及び産地が異なるものを含めて選定する。
- (4) 作成試料点数については、機器ごとの検量式作成に用いる統計の処理に必要な点数とする。
- (ウ) 作成試料について、常圧加熱乾燥法による水分の含有率を定量する とともに近赤外分析計により吸光度を測定し、以下の項目を基準とする 水分の検量式を作成する。
  - a 検量式を作成した試料以外の試料における常圧加熱乾燥法と近赤外 分析法との標準誤差は0.3%以下
  - b バイアスは±0.15%以内
  - c スロープは有意な傾きがないこと
  - d 以後の定量又は異なる生産年度について定量する場合は、上記の基準が満たされるよう所定の方法で管理を行う

# ウ バイアスの補正

近赤外分析計による測定に当たっては、あらかじめ水分含有率が定められている試料複数点(精度管理用試料という。)を日々の測定開始時に測定し、そのときの測定値と規定値の差を検量式のバイアスとして補正する。 補正を行う必要のあるバイアスは±0.15%以上とする。

- エ 近赤外分析計は成分検査の水分値補正用に限り使用することとし、品位 等検査に係る水分測定には使用しない。
- (4) 赤外線水分計による測定方法

赤外線水分計は、赤外線ランプの状態によっても乾燥条件は変わってくる。 また、試料の粒度、表面の色等も乾燥の進行に影響する。したがって、赤 外線水分計を使用するには、基準の水分測定方法による測定値と一致した値 が得られるような加熱条件を試料の種類ごとに、しかも各個の装置それぞれ についてあらかじめ設定しておかなければならない。

## ア 赤外線水分計の仕様

- (ア) 測定方式は加熱乾燥・質量測定方式とする。
- (イ) 内蔵する天びんの読取限界は10mg以下であること。
- (ウ) 測定値が0.1%単位まで表示(指示)できること。
- (エ) 標準計測方法の常圧加熱乾燥法に対する測定精度は、含水率で0.2% 以内。
- (オ) 測定範囲は水分値で0~100%であること。

## イ 測定条件の決定方法

- (ア) 水分補正値等の測定
  - a 空の試料皿の中心の上部に温度計のたまりを置いて点灯し、110℃ を保つような高さにランプを置く。このあと温度計を皿から外して試 料を載せて点灯し測定を開始する。

サーミスタにより温度検出を行っているものは、温度表示が110℃ に安定してから測定を開始する。

b 点灯して6分後から2分ごとに点灯したままはかりを釣り合わせ、 その時の水分指度を0.1%単位、時間を10秒単位で記録する。

この操作を繰り返して、2分間当たりの減量が水分値として0.5% 未満になったときから、更に2分間点灯を続け、その時の水分指度を 「暫定仮水分」とする。

サーミスタにより温度検出を行っているものは、天びんの釣り合わせを自動的に行うものもあるので、この場合は測定開始6分後から2分ごとに水分指度を0.1%単位、時間を10秒単位で記録する。

2分間当たりの減量が水分値として0.5%未満になったときから、 更に2分間点灯を続け、その時の水分指度を「暫定仮水分」とする。

c 「暫定仮水分」と「基準水分」との差が1%以下になるまでランプ の高さを変える。この場合、「暫定仮水分」の方が「基準水分」より 大きい時はランプを高く、逆の場合は低くする等の操作を繰り返す。 サーミスタにより温度検出を行っているものは、ランプの高さが一 定で試料皿の高さが自動的に変わるのでこの操作は必要ない。

- d 上記(c)によって得られた「暫定仮水分」を「仮水分」とし、その ときの条件から次のことを決定して記録しておく。
  - (a) 水分補正値 基準水分-仮水分=水分補正値
  - (b) 規定の高さ 仮水分を得たときの支柱の目盛(0.5cm単位で表わす。) サーミスタにより温度検出するものは必要ない。
  - (c) 規定時間

仮水分を得たときの点灯時間(30秒未満切捨て、30秒以上は切上 げて1分単位で表わす。)

(d) 規定温度

空の試料皿について(4)のイの(ア)の a の状態で規定の高さでランプを点灯し昇り切ったときの温度(水銀温度計の場合は温度は半目盛単位で表わす。)

- (イ) 未補正水分値の測定
  - a 規定の高さで規定温度を測定し、その時の温度が規定温度±半目盛 を超える場合はランプの高さを調整して、この範囲内に入るようにす る。

機種によっては、ランプの高さを一定にして、ひょう量皿の高さの 調整を自動的に行うものもある。この調整は一連の測定の前に1回行 うが、照度に疑問のある場合は随時行う。

- b 冷えている試料皿に試料5gを乗せて平らにならして点灯する。
- c 規定時間後手早く操作して、はかりを釣り合わせ水分値を読み「未 補正水分値」とする。
- (ウ) 測定値の算出

未補正水分值+水分補正值=測定值

#### 2 発芽率及び発芽勢

穀類の発芽能力を知るには、穀類の発芽に適する水分、温度等の条件を与えて実際に発芽させる方法(発芽試験法)により測定する。

また、後熟期間の長い穀類(麦類の一部)では後熟期間の短縮、いわゆる休 眠解除を行った上で、発芽試験を行う。

(1) 1%次亜塩素酸ナトリウム試液の調製

次亜塩素酸ナトリウムは一般に有効塩素濃度で表示されているので有効塩素として1%試液を調製する。1%試液は使用の都度調製する。この試薬は 比較的分解し易いのでなるべく必要の都度購入し、冷暗所に保管する。

(2) ビール大麦の発芽勢(休眠解除による発芽試験)の測定

ア 置床前に試料に1%過酸化水素水を加えて30分間浸せき後、水洗しないでシャーレに取出す。水の代わりに1%過酸化水素水を用いて、発芽試験

に供する。この場合、1%次亜塩素酸ナトリウム試液による種子消毒の必要はない。

- イ 整粒100粒につき置床後72時間以内に発芽した粒数を%で表し発芽勢と し、引き続き発芽率を測定する場合は発芽勢を見た後、恒温器に入れる。
- ウ 新麦は特に指定しない限り9月末日(北海道産は11月20日)までこの測定は行わない。

# 3 たんぱく質

たんぱく質には一定の割合で窒素が含まれているので、食品等に含まれる窒素を定量して、それに一定の換算値を乗じ粗たんぱくとして表わす方法(窒素定量法)により測定する。この場合の窒素の定量法としてはケールダール法が一般的 に行われており、試料の量、蒸留の方法等の差からセミミクロケールダール法、マクロケールダール法等がある。

その他の方法としては、近赤外分析法による方法が実用化されている。

## (1) 窒素定量法

試料をケールダール分解フラスコ(以下「分解フラスコ」という。)に入れ、硫酸で分解する。

反応を早めるための沸点上昇剤や触媒等の分解助剤を加える。

硫酸は有機物を分解し、分解したたんぱく質及びその他の有機窒素化合物中の窒素は、すべてアンモニアの形となり、硫酸に捕集されて硫酸アンモニウムとなる。この分解液に強アルカリを加えて加熱蒸留し、留出してくるアンモニアをホウ酸溶液で捕集する。次いで硫酸標準液でアンモニアを滴定し窒素量を算出する。得られた窒素量に所定の換算値を乗じてたんぱく質とする。

ア セミミクロケールダール法

# (ア) 試料の調製

でん粉の場合はそのまま、粉砕を必要とする試料の場合は、以下の試料粉砕器のいずれかを用いて、穀粒約20gを粒径1.5mm以下に粉砕し試料とする。

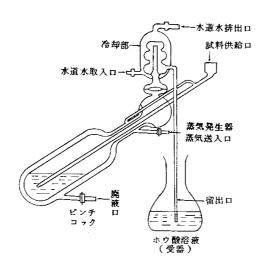
- a 超遠心粉砕器 (米の場合0.5mmのスクリーン、麦類の場合0.75mmのスクリーンを付けたもの。)
- b 衝撃式粉砕器 (1.0又は1.5mmのスクリーンを付けたもの。)
- (イ) 窒素定量装置の仕様
  - a 分解装置(分解台)

電熱式で、電熱量で概ね600W及び1200Wの切換ができ、100 m $\ell$  の分解フラスコが、6 本程度据えることができる。

b 蒸留装置

パルナス蒸留器を原則として使用する。

パルナス蒸留器は、下図の様に組み立てる。



# (ウ) 測定値の補正

測定値を標準計測方法に定めた品目ごとの水分値に補正する場合は、次式により行う。

測定値(補正後)=測定値(補正前)×  $\frac{100-基準水分値(%)}{100-試料水分値(%)}$ 

# (エ) ブランクテスト

使用薬品中に窒素化合物が含まれ、あるいは空気中にアンモニアが存在すると測定値が高く出るので、そのような恐れがある場合は「ブランクテスト」を行う。その滴量が、0.1ml以上ある場合は、試薬を交換する等ブランクテストの値が0.1ml以内になるようにする。ブランクテストは試料の代りに市販のグラニュー糖1gを、たんぱく質測定の手順に従って分解、蒸留して滴定する。

## イ マクロケールダール法

原理としては、セミミクロケールダール法と同様のものであるが、セミミクロケールダール法と主に相違する点は、一般に分析用の試料をセミミクロケールダール法より多くとること、濃度の高い標準液を用いること、大型の分解フラスコをそのまま蒸留フラスコとして用いること、試料の分解液を全量蒸留に供すること等である。このため、容量の大きい分解装置を必要とし、試薬を多量に使用することとなるが、試料の分解操作が簡便迅速で、分解液のフィルアップの操作を省略できる等の長所がある。

# (ア) 試料の調製

セミミクロケールダール法に同じ。

# (イ) 窒素定量装置の仕様

- a 分解装置(分解台) ガス又は電熱式で、電熱式の場合は約600W
- b 蒸留装置 直接蒸留又は間接蒸留用の装置

(ウ) 測定値の補正

セミミクロケールダール法に同じ。

ウ マクロケールダール自動蒸留法

原理は、マクロケールダール法と同じであるが、試液の調製、蒸留及び 滴定の全部又は一部が自動化されている装置を使用するものである。

(ア) 試料の調製

セミミクロケールダール法に同じ。

(イ) 窒素定量装置の仕様

分解装置 (分解台)

温度420℃を維持することができるもの。

(ウ) 分解助剤

硫酸カリウムと硫酸銅を9対1の重量比で混合したもの。同一試薬同一割合であれば市販のタブレット剤でもよい。

(エ) 測定操作

過酸化水素水約10m0を加えるときは、ドラフトチャンバー内で3~4回に分けて分解管に加える。一度に加えると急激な反応で分解管から試料及び硫酸が飛沫する恐れがある。

(オ) 測定値の補正

セミミクロケールダール法に同じ。

(2) 近赤外分析計による測定方法

近赤外分析計による測定方法は、近赤外線を試料に当てたときの試料による波長別の吸光度はたんぱく質の含有率と関係があることから、あらかじめ含有率と吸光度との関係式を検量式として求めておき、測定した試料の吸光度を検量式にあてはめて含有率を求める方法である。

ア 試料の調製

試料の粉砕を要する近赤外分析計については、機器に付属の取扱説明書に より必要な粒度に粉砕する。

# イ 近赤外分析計の仕様

- (ア) 機器精度及び機器の安定が確保されていること。
  - a 同一試料の反復測定における再現性は標準偏差で±0.1%以内
  - b 未知試料の測定精度は標準誤差で±0.30%以内
  - c 電圧変動の影響を受けないこと
- (イ) 日常的な分析を行うことを踏まえ、使用環境(温度、粉塵、振動等) への対応又は防護措置がとられていること。
- (ウ) ユーザー自身で、検量式の作成及びバイアス又はスロープの調整が 可能なこと。
- (エ) 検量式の作成

検量式の作成は、第2の1の(3)のイの水分測定の近赤外分析法による検量式の作成に準ずる。

(オ) バイアスの補正測定操作

近赤外分析計による測定に当たっては、あらかじめたんぱく質含有率が定められている試料複数点(精度管理用試料という。)を用いて、日々の測定開始時に、測定してそのときの測定値と規定値の差を検量式のバイアスとして補正する。

補正を行う必要のあるバイアスは±0.15%以上とする。

#### 4 アミロース

アミロースの測定では、よう素でん粉反応を利用したよう素呈色比色法や電 流滴定法等が一般的である。

#### (1) 試料の調製

測定には市販している流通精米程度にとう精した試料50g以上を、以下の 試料粉砕器のいずれかを使用し粉砕した後、 100メッシュのふるいを通過し たものを用いる。なお、醸造用又は酒造好適米については、とう精機の能力 の範囲内で検査請求者の申請によるとう精歩留りにとう精する。

ア 超遠心粉砕器 (0.5mmのスクリーンを付けたもの。)

イ 衝撃式粉砕器 (1.0mmのスクリーンを付けたもの。)

# (2) 装置及び器具の仕様

ア 分光光度計

分光器:ダブルビーム

波長620nmが走査できるもの

Absで表示され、測定値が小数点以下3位以上のもの

イ 石英セル

光路長10㎜のもの

# (3) ブランクの測定

標準アミロース液及び測定液を測定する前に、ヨウ素・ヨウ化カリウム試液 2 ml を水で正確に100ml に調製したブランク液を測定し、分光光度計の吸光度の校正を行う。

# (4) アミロース含有率の補正

アミロース測定においては、あらかじめアミロース値及びたんぱく質値が 定められている基準品(国内産精米)を用いて、未知試料測定の際に、この アミロース基準品を同時に測定して、そのときの測定値と基準品の既定値(既 知の測定値)との差によって未知試料の測定値の補正を行う。

# 5 容積重

容積重の測定には一定容積の重量を測定する方法と、反対に一定重量の容積 を測定して逆算する方法とがある。ヘクトリットルキログラム計及び電気式穀 粒計による方法は前者であり、ブラウェル穀粒計による方法は後者に属する。

外国産農産物についてはヘクトリットルキログラム計又は電気式穀粒計を使 用し、国内産農産物についてはブラウェル穀粒計又は電気式穀粒計を使用する。

(1) ブラウェル穀粒計による方法

容積重は 150gの体積から換算して、g/lとして表す。

# ア ブラウェル穀粒計の仕様

# (ア) 試料筒

全量330m $\ell$ の受用フラスコで、 $165\sim330m\ell$ の間を110等分して目盛り、5 目盛ごとに回し目盛とする。回し目盛 1 本おきに $m\ell$ 値及びブラウェル度の表値を記する(ブラウェル度の値= $m\ell$ 値× 2 / 2 / 3 )。

誤差は全量の1/2未満において $\pm 0.3$ m $\ell$ 、全量の1/2以上において $\pm 0.6$ m  $\ell$ とする。

# (イ) 試料筒の形状

(単位:mm)

	120° ∼220°	120°	たまり	たまり	全 長
	の目盛の長さ	目盛の位置	外 径	高さ	
規格	230	下端より120	60	80	400
偏差±	5	2	2	2	5

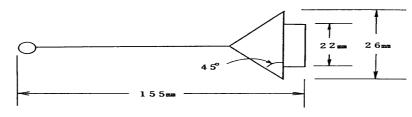
# (ウ) 漏斗の形状

(単位:mm)

	円筒部内径	円筒部深さ	漏斗状部	出口外径	出口長さ
			深さ		
規格	70	100	20	23	20
偏差±	0.5	1	0.5	0. 25	0.5

## (エ) 止め栓





# (オ) 水平装置

支柱の垂直に立ったときの水平器と、水平調整のための回転足を付ける。

## (カ) 試料のひょう量

試料は別に用意したはかりを使用して 150gを計量してもかまわない。

(キ) 試料筒の目盛はブラウェル度を読み、ブラウェル穀粒計指度換算表 (別表 2) によってg/lに換算し測定値とする。

# (2) ヘクトリットルキログラム計による方法

1 リットルの重量を100 倍し、ヘクトリットルキログラムとして表す。 ア ヘクトリットルキログラム計の仕様

# (ア) はかり

ひょう量:1kg(検定公差1g、使用公差2g)

大ざお:1目盛 100g | 目盛範囲0~900g 固定目盛

小ざお:1目盛 1g 目盛範囲0~100g

# (1) 漏 斗

	規格	許容限度
上 径	197mm ( $7\frac{3}{4}$ $7 \times 7$	± 1 mm
深さ(落口を含む)	162mm ( $6\frac{3}{8}$ インチ)	± 1 mm
落 口 内 径	31.8mm ( $1\frac{1}{4}$ インチ)	±0.1mm
落口長さ	11.1mm $(\frac{7}{16} \ 7)$	±0.5mm

# (ウ) ます

		規格	許容限度
内	径	117.5mm ( $4\frac{5}{8}$ $\checkmark$ 3	ンチ) ±0.1mm
容	積	1 0	$\pm$ 1 m $\ell$

# (エ) 補助ます

容積1138m
$$\ell$$
±10m $\ell$  (1138m $\ell$ =1 $\ell$ +  $\frac{1}{8}$ クオート)

# (オ) とかき (木製)

			規	格	許容限度
長		さ	305mm (12	インチ)	$\pm~1$ mm
	幅		44mm ( 1-	$\frac{3}{4}$ $(1)$	± 1 mm
厚		さ	9.5mm ( $\frac{3}{8}$	3 - インチ) 3	±0.5mm
両	^	ŋ	正しい半	円とする	

# (カ) 水平装置

機器の水平調整のための回転足及び水平器を付ける。

# (キ) ガイド

ますを漏斗の真下に置くことができるように漏斗の支えにガイドを付ける。

# (ク) 漏斗の高さ

ますを受台の中央のガイドに当てて置き、漏斗を正面のガイドに当たるまで回す。このとき、ますと漏斗の中心は同一垂線上にあり、かつ漏斗の下端とますの上縁間の垂直距離(シャッターの厚みは含まない。)は51mmでなければならない。

# (3) 電気式穀粒計による方法

電気式穀粒計は、比較的簡単な計器であり操作も容易であるだけに、取扱いが粗雑にならないよう電気式穀粒計の調整、試料の取扱い、保管その他操作全般にわたって細心の注意が必要である。

電気式穀粒計は、容積重の測定結果を、国内産麦類についてはg/0、外国産麦類についてはkg/h0として表示する。

# ア 電気式穀粒計の仕様

- (ア) 測定値が国内産農産物については1g/0単位まで、外国産農産物については0.1 kg/h0単位まで表示されるものを用いる。
- (イ) 同一試料の反復測定における再現性は、標準偏差で0.5%以内とする。

この場合の標準偏差は、次式により算出する。

#### 

- (ウ) 使用に当たっては、直射日光、風の当たる場所、湿度の特に高い場所、暖房の近く等は避け、振動のない安定した場所に設置する。
- (エ) 持ち運びの際は特に衝撃を与えぬよう注意し、使用後は十分清掃して湿度の低い場所に保管する。

# イ 電気式穀粒計の調整

電気式穀粒計は、長期間使用していると、その本体の構造又は電気回路に変化を来たし、測定値に影響を及ぼすことがある。したがって、必要に応じて、基準となる電気式穀粒計と同一試料を測定すること等により点検を行い、修理の要否について確認する。

#### 6 硝子率

小麦は粒質が硬く、硝子質部分が多いほどたんぱく質含量が高い傾向がある。

穀粒切断器の切れ味が悪いと切断面の硝子質部分を粉状質部分と見誤ること があるので刃をよく研いで使用する。

切断器の代わりにカッター等鋭利な刃物を使用してもよい。

# 7 でん粉

粘度は各種の粘度計で測ることができるが、のりの粘度はのりをつくる条件によって変化するので、フォーリングナンバー測定器では一定の条件でこ化する機能を粘度計とを組み合わせている。

フォーリングナンバー測定器は落球粘度計の一種である。

フォーリングナンバーは一定条件で作られた試験管内ののりの中を特殊な形の金属棒が一定距離降下する秒数を無名数で表わした数値で、この数値の高い程のりの粘度の高いことを表わしている。

# (1)装置及び器具の仕様

## ア 試料粉砕器

- (ア) 粒径が500  $\mu$  m以上が 0~10%、210~500  $\mu$  mが25~40%、 210  $\mu$  m 以下が50~70%になるような全粒粉が得られる以下の試料粉砕器のいずれかを用いる。
  - a 超遠心粉砕器 (0.75mmのスクリーンをつけたもの。)
  - b 衝撃式粉砕器 (200 V 仕様では1.5mm、100 V 仕様では1.0mmのスクリーンをつけたもの。)
- (イ) 原則として約200gの試料をホッパーに入れ、スタートボタンを押して粉砕器を回転させ、電流計を見ながら試料を粉砕室に供給し、過重にならないように調節する。

電流計の目安として、フォーリングナンバー用衝撃式粉砕器の場合、200V仕様で3アンペア、100V仕様で20アンペア以下、超遠心粉砕器では4アンペア以下とする。

(ウ) 粉砕後の処理

高速度回転のため粉砕中に発熱し、粉砕試料は高温になっているのでそのまま密封すると試料中の水分が蒸散凝縮して、水分の不均一、試料の変質のおそれがあるので袋を開封したまま放冷する。その後、別の容器等にあけて十分混合したうえ再び袋に戻して密封する。

イ フォーリングナンバー測定器一式 (ペルテン社製)

ヒーター付水槽、自動かく拌装置、タイマーよりなる。(装置は50Hz、60Hz ごとの仕様であるので、測定場所の電気の周波数に合わせて設置する。)

ウ温度計

95~105 $^{\circ}$ の目盛範囲で、最小目盛0.1 $^{\circ}$ 、浸線より水銀だまり先端までの長さ10 $^{\circ}$ ののもの。

工 試験管

内径21mm±0.02mmのガラス製のもの。

試験管の内径が異なればスターラーの降下速度が変わるので、専用のものを用いる。

オ スターラー

重量は黒色のエボナイト部分を除き25gのもの。

スターラーの形状、重量が異なればスターラーの降下速度が変わるので、 専用のものを用いる。

カ 全量ピペット25ml

装置付属の自動ビュレットの容量管理を厳密に行って使用しても良い。

#### (2) 水槽の調整

- ア 水位は槽壁上縁から2.5cm (1インチ)となるように水槽外壁に付属水 位調節器を調整し固定する。
- イ 水槽内の水は精製水を用いる。水の所要量は約30強である。
- ウ 冷却水を流しヒーターのスイッチを入れる。冷却管が比較的短いので冷

却水は多目に流すようにする。

- エ 温度計は試験管をセットするための穴の大きさに合わせたゴム栓等に通し、穴に挿入したとき浸線が水槽のふたの裏面に一致するようにする。
- オ 水槽内の水の温度が最高に達した時点で100.0℃になっていない場合は 次のような目安で温度計を見ながら水槽の温度を調整する。
  - (7) 100.0℃より高い場合イソプロピルアルコールを0.1℃につき水槽内の水量の約0.1%(約3mℓ)の割合で加える。
  - (4) 100.0℃より低い場合 エチレングリコール又はグリセリンを0.1℃につき水槽内の水量のそ れぞれ1.0%又は1.2%の割合で加える。
  - (ウ) ア及びイの操作はコマゴメピペットで行うとよい。

#### 8 砂分及び土砂

四塩化炭素の比重は1.6であり穀粒やでん粉の比重は1.5程度である。規定の砂分測定瓶を使用して四塩化炭素の中に穀粒やでん粉を入れると、穀粒等は比重が軽いので浮上し、きょう雑する土砂(砂分)は下部の目盛管に沈殿するのが比重選別法。砂分(土砂)の体積1mlが重量1.25gに相当するので、目盛管の目盛から砂分(土砂)を重量換算できる。

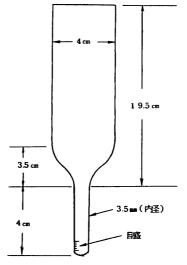
(1) 試料の調製

でん粉の砂分測定にあっては、粉状のものはそのまま、塊状のものは鉄乳 鉢で粉砕し供試する。

(2) 砂分測定瓶の仕様(右図参照)

径 4 cm、全長23.5cmの硝子筒の下部 4 cmの部分が内径3.5mmの目盛付き盲管となっているもの。

傾斜部分の長さは 3.5cmとする。目盛 は、全量0.25ml、1目盛0.005mlとする。



(3) 四塩化炭素は、高熱下で酸素と水分が共存すると毒ガス「ホスゲン」発生 の危険性があり、不純物にCS₂が多いと爆発の危険があるので取り扱いに 注意する。

また、使用した四塩化炭素は、ろ紙によりろ過、回収し、比重が1.6を維持していることを確認のうえ、再利用することができる。

#### 9 灰分

穀粒等の灰分は一般に胚乳等の可食部には少なく、皮部等の廃棄部に多く含まれている。したがって、灰分の多いことは廃棄部の混入が多く、一般に品質が劣ることになる。そのほか無機質の混入度を知る目安ともなり、食品等の品質を把握する上で重要な要素の一つである。

灰分とは試料を燃焼した場合に残る灰、即ち無機質の量である。しかし、灰 化時の温度、時間等の条件の相違によって、本来無機質である塩素の一部が失 われたり、あるいは、有機質が炭素の形で残存する程度が異なるため測定値に 影響を与えるので、あらかじめ一定の約束事項を決めておき、その条件のもと で測定されたものを灰分値としている。

# (1)装置及び器具の仕様

ア 電気炉 (マッフル炉)

パイロットメーター温度計付き又は機内温度が表示されるもので700℃ が維持できるもの。

イ 磁製ルツボ

15mlのもの、ふたは不用。

ウ 電熱器 (500W以上のもの。)

#### 10 酸性度

酸性度とは試料溶液中の水素イオンの濃度、すなわち酸性あるいはアルカリ性の強弱の程度をいい、水素イオン濃度は通常10中に含まれるグラムイオン数で表わされる。純粋な水の場合は10<sup>-7</sup>グラムイオン/0である。しかし、このような数字を扱うのは不便であるため、その指数の符号を除いたもの(逆数の対数)で表わされ、これを水素指数といい、pHという記号で示している。

したがって、前記水の場合はpH7と表わし中性を示す。水素イオン濃度が高い(濃い)場合すなわち酸性が強いときは数値が小さくなり、逆にアルカリ性が強いときは数値が大きくなる。

(1) ガラス電極水素イオン濃度計 (pH計) の仕様

ア 試料溶液の水素イオン濃度をpH値により小数点以下1位まで表示できる もの。

イ pH4.01 (25 $^{\circ}$ ) 及びpH6.86 (25 $^{\circ}$ ) の 2 点の標準液により校正が行える ガラス電極法による水素イオン濃度計とする。

(2) ガラス電極水素イオン濃度計 (pH計) の操作については機器ごとの使用説明書による。

## 11 色沢

白度計は、試料の反射率を測定する光電光度計の一種で、光源部、波長選択部、試料部及び測光部から構成されるが、試料から反射する光を受光し、電気量(電流)に変換する受光センサーの種類によって、光電管白度計とフォト・

ダイオード白度計に分類される。

光電管白度計は、光源部(ランプ)からの光を波長選択部(フィルター)を通して単色光としてこの単色光を試料面に対して垂直方向から照射したときに反射してくる光を積分球で均一に採光し、測光部(光電管)で受光すると同時に、電流に変換してメーターに表示するものである。フォト・ダイオード白度計は、光源部(ランプ)からの光を光路によって二つに分け、各々の光を試料面に対して斜め45度の角度から照射したときに試料面に対して垂直方向に反射する光を波長選択部(フィルター)を通して単色光として測光部(フォト・ダイオード)で受光し、電流に変換してデジタル表示するものである。

# 12 きょう雑物

きょう雑物選別機の操作手順

- (1) 風量と試料供給量を調節する。
- (2) 粗目ふるい、上段ふるい、中段ふるい及び下段ふるいを適切な位置にセットする。
- (3) 風量、試料供給量の調節及び各種ふるいは、供試穀物の種類別に設定する。
- (4) それぞれの受け皿を適切な位置にセットする。
- (5) 機械をスタートする。
- (6) ホッパーから供試試料を少しずつ入れる。
- (7) ホッパーの中及び各ふるいの上から穀粒が全て無くなった時、機械を停止 する。
- (8) 風選及びふるいによって分離された物質を全て集める。

カータードッケージテスターの設定

	空気調節	試料調節	粗目ふるい	上段ふるい	中段ふるい	下段ふるい
	つまみ	つまみ	(リドル)	(シープ)	(シープ)	(シープ)
デュラム小麦以外	4	6	No. 2	使用しない	No. 2	No. 2
デュラム小麦	4	6	No.25	使用しない	No. 2	No. 2
大 麦	4	6	No. 6	No. 8	No. 6	使用しない
はだか麦	4	6	No. 6	No. 8	No. 6	使用しない

#### Ⅱ 検査機器関係

農産物検査に使用する機器について、精度を確保する観点から、測定機器が商 用品目に掲げる農産物に使用できるかを確認する方法について定める。

## 第1 検査機器の仕様確認等

農林水産省政策統括官(以下「政策統括官」という。)による農産物検査に使用する機器についての仕様の確認は、以下の手続により行う。

## 1 仕様確認申請

検査機器の製作・販売を行う機器メーカー及び登録検査機関が、農産物検査に使用する機器について、既に政策統括官による確認が完了した機器以外を新たに販売又は使用することを希望する場合、当該機器が農産物検査に使用することが可能であるか、仕様の確認を行うため、政策統括官に対し別紙様式に以下の分析データを添付のうえ仕様確認を申し出るものとする。

## (1) 電気水分計

常圧加熱乾燥法との標準誤差及び測定範囲を示すデータ(過去3年産、 各項目50点以上の分析データ)等

## (2) 近赤外分析計

当該近赤外分析計の性能を示すデータ、検量線を評価した試験の成績書のデータ(対象品目の過去3生産年の各項目50点以上の分析データ)等

#### (3) 電気式穀粒計

ブラウェル穀粒計又はヘクトリットルキログラム計との標準誤差及び同 一試料の反復測定における再現性試験を示すデータ等必要な資料

## 2 仕様確認

政策統括官は、機器メーカーからの仕様確認の申請があった場合、提出された分析データ等を確認し、農産物検査に使用が可能か仕様の確認を行う。

この場合、政策統括官は提出されたデータ以外に確認に必要な場合、別途 データの提出を求めることができる。

なお、Iの第2の1及び5に定められた、種類以外の測定を行う場合の仕様確認は、政策統括官は、機器メーカーに対し確認が可能な関連データの提出を求めることとする。

#### 3 仕様確認結果及び公表

政策統括官は、当該機器の仕様を確認し、農産物検査に使用が可能であることを確認したときは、農林水産省のホームページに、機器メーカー及び型番並びに当該機器を使用できる農産物検査の対象となる農産物の種類等を掲載するとともに、当該機器メーカーに対し、農産物検査に使用することが可能である旨を通知する。

別紙様式 農産物検査に関する検査 機器の仕様確認申請書

#### 4 機器の使用確認

政策統括官又は地方農政局長(北海道農政務所長及び内閣府沖縄総合事務局長を含む。以下同じ。)は、登録検査機関(登録申請中の機関を含む。)が検査機器として使用を予定している機器について、登録申請の確認時、登録更新時又は新たに購入しようとする場合、当該機器が農産物検査に使用するための仕様確認が完了したものか確認を行う。

なお、当該機器が確認を受けていない場合は、登録検査機関に対し、機器 メーカーを介し確認を依頼するとともに、確認が終了するまで、農産物検査 に使用できない旨の説明を行う。

#### 第2 検査機器の精度管理

登録検査機関は、品位等検査又は成分検査に使用する検査機器の信頼を確保 するため、以下により精度確認を行い精度管理をする。

# 1 電気水分計

品位等検査において、電気水分計を使用することとしている登録検査機関は、電気水分計の機差の管理について、メーカーの点検基準に従い又は年1回以上の精度確認を実施するものとする。

## 2 近赤外分析計の検量線の年次評価

- (1) 近赤外分析計を用いて成分検査を実施する登録検査機関は、年1回、検量線の評価を行い、管理基準を満たしていない場合は補正又は更新を行う。
- (2) 評価の結果、検量線の補正又は更新が必要な機器については、装置への検量線の移植を確認した上で使用する。

# 3 近赤外分析計のバイアス値の確認

近赤外分析計を用いて成分検査を実施する登録検査機関においては、日々の 測定開始時に、バイアス値を確認し、管理基準を満たしていない場合は、各装 置ごとの方法により近赤外分析計のバイアスを補正した上で測定を行う。

- (1) 近赤外分析計の検量線の年次評価及びバイアス値の確認方法
  - ア 検量線の年次評価
    - 3の近赤外分析計の検量線の年次評価は次により実施する。
    - (ア) 試料を粉砕して測定する型式の近赤外分析計にあっては80点以上、 粒のままの試料を用いて測定する型式の近赤外分析計にあっては100点 以上の試料を用い、水分については常圧加熱乾燥法、たんぱく質につい ては窒素定量法により得られる測定値(以下「ラボ値」という。)と近 赤外分析計による水分とたんぱく質含有量の測定値とを比較することと する。
    - (4) ラボ値と近赤外分析計の測定値の差の平均が、±0.15%以内となる

よう近赤外分析計の調整を行うこととする。

# (2) バイアス値の確認について

ア 登録検査機関は以下の試料及び測定値を用いてバイアス値の確認を行うこととする。

- (ア) メーカーから送付されるバイアス値確認用試料
- (イ) メーカーから提供された(ア)の試料に係るラボ値
- イ 登録検査機関はPの(7)の各試料をそれぞれ2回測定し、その2回の測定値の差が $\pm 0.2\%$ 以内となるまで測定を行う。
- ウ 各試料ごとの測定値とラボ値の差の平均が、±0.15%以内であって
  - (ア) 試料を粉砕して測定する型式の近赤外分析計にあっては、アの(ア)の 各試料のラボ値と測定値との差が、±0.4%以内
  - (4) 粒のままの試料を用いて測定する型式の近赤外分析計にあっては、 アの(ア)の各試料のラボ値と測定値との差が、±0.5%以内であれば、 バイアスの補正は不要とする。

# 4 電気式穀粒計

品位等検査において、電気式穀粒計を使用することとしている登録検査機関は、電気式穀粒計の機差の管理についてメーカーの点検基準に従い又は年1回以上の精度確認を実施するものとする。

# 5 点検記録の保存

登録検査機関は、検査機器の精度確認を行った場合、検査機器に関する保 守点検結果について、5年間保管しておくこととする。

# Ⅲ 農産物の品質調査等に伴う試験方法

農産物の品質調査等を行う場合は、標準計測方法及びIの第1の方法によるほか、以下による。

## 1 水分

(1) 適用品目

精大麦、精はだか麦、精小麦、小麦粉、及び米穀粉

(2) 測定方法

標準計測方法の第2の1の(1)の方法による。

(3) 測定条件

ア 精大麦、精はだか麦及び精小麦にあっては、国内産もみの測定条件に同じ。

イ 小麦粉及び米穀粉にあっては、下表の測定条件とする。

品目	供試量 (g)	乾燥温度 (℃)	乾燥時間 (時間)	試料の調製	備考	許容差
小麦粉及		134℃				
び米穀粉	3	$\sim$	1	そのまま		0.1%
		136℃				

# 2 発芽率

(1) 適用品目

玄米

(2) 測定方法

標準計測方法の第2の2のもみに係る測定方法による。

(3) 測定条件

下表のとおりとする。

供試試料	所定温度	所定日数
整粒	20℃	7 日

# 3 たんぱく質

(1) 適用品目

玄米、大麦(ビール大麦を含む。)、はだか麦、大豆、精大麦、精はだか麦、 精小麦、小麦粉及び米穀粉

(2) 測定方法

ア 玄米、大麦(ビール大麦を含む。)、はだか麦、精大麦、精はだか麦、精 小麦、小麦粉及び米穀粉のたんぱく質の測定は、標準計測方法の第2の3の(1)のア、イ及びウに規定する窒素定量法によることとする。ただし、 品目ごとの窒素たんぱく質換算係数、許容差及び測定値の補正は下表のと

おりとし、試料粉砕器はウィリー粉砕器(直径1.5mmの丸目ふるいを付けたもの)でも差し支えないこととする。なお、米穀粉及び小麦粉についてはそのまま供試する。

品目	係数	許容差	測定値の補正
玄米	5. 95	0.1%	水分0%の値に補正す
			る。
大麦(ビール大麦を除く。)及びはだか麦	5.83	0.2%	
ビール大麦	6. 25	0.2%	
精大麦、精はだか麦、精小麦	5.83	設けな	設 け な い
小麦粉	5. 70	設けない	
米穀粉	5. 95	, ,	

イ 大豆のたんぱく質の測定は、標準計測方法の第2の3の(1)のアの精米のセミミクロケールダール法によることとする。ただし、測定操作において試料液100mlのうち10mlを用いる。

また、窒素たんぱく質換算係数等は下表のとおりとし、試料粉砕器はウィリー粉砕器 (直径1.5mmの丸目ふるいを付けたもの)でも差し支えないこととする。

なお、大豆の分解に際しては、他の穀類に比べて、油分含量が多いので 分解初期にはかなりの泡立ちがあり、吹きこぼれないよう徐々に加熱する 等、特に注意が必要である。

係数	中和用アルカリ量	許容差及び測定値の補正
5. 71	5 mℓ	設けない

#### 4 でん粉(のりの粘度)

(1) 適用品目

小麦及び小麦粉

(2) フォーリングナンバーによる小麦粉の粘度の測定標準計測方法の第2の7によることとする。ただし、試料はそのまま用いる。

(3) アミログラフによる小麦及び小麦粉の粘度の測定

アミログラフ(ビスコグラフを含む。以下「アミログラフ」という。)は 外筒回転式の粘度計であり、小麦粉の懸濁液を自動的に毎分1.5℃の一定速 度で加熱又は冷却しながら生じたのりの粘度の変化をトルクの変化として捉 え、記録する装置である。

構造的、機能的にもフォーリングナンバーに比べ複雑で、のりの生成時の経時的変化を刻明に記録できるため試料についての多くの情報が得られる。通常アミロ値と称している数値は粘度が最高に達したときの数値であり、最高粘度(MV: Maximum Viscosity)で示される。

# ア 装置及び器具

- (ア) アミログラフ及び付属器一式
- (イ) はかり
- (ウ) かく拌器並びにかく拌容器

## イ 測定方法

小麦は、次によりブラベンダーテストミルを用いて製粉した上で測定を 行う。

# (ア) 試料水分の調製

- a 精選された試料250g以上をひょう取し蓋付ポリエチレン容器に入れ、目標水分になるように製粉開始の約24時間前に水を加えた後、直ちに密閉して振とうし、水分が粒の表面に均等にゆきわたるようにして、製粉まで30℃で保存する。
- b 目標水分は、原則として次表のとおりとし、下式によって計算する。

区分	銘 柄	目標水分
— <i>— ,</i>	国内産小麦(中間質小麦欄に記載したものを除く。)	P 10/01/20
粉	アメリカ産ウエスタン・ホワイト・ホイート	
状	アメリカ産ソフト・レッド・ウインター・ホイート	
質	アメリカ産ハード・レッド・ウインター・ホイート	14.5%
小	(オーディナリーに限る。)	
麦	オーストラリア産スタンダード・ホワイト	
	オーストラリア産ソフト等	
	国内産小麦(北海道産のもの、強力小麦、青森、岩手	
中	及び山形産ナンブコムギ、岩手産コユキコムギ並びに	
間	福島産トヨホコムギに限る。)	
質	アメリカ産ハード・レッド・ウインター・ホイート	15.0%
小	(セミハード及びハイプロに限る。)	
麦	オーストラリア産ハード	
	オーストラリア産プライム・ハード	
硝(	カナダ産レッド・スプリング・ホイート	
子 軟	アメリカ産 (ダーク)・ノーザン・スプリング・ホイ	
質	<b>-</b> ⊦	15.5%
小 質		
麦		
硝(	カナダ産 (ウエスタン)・(アンバー)・デュラム・	
子 硬	ホイート	
質	アメリカ産 (ハード)・(アンバー)・デュラム・ホ	16.0%
小 質	イート	
麦		

加水量 
$$(m\ell) = \frac{ 目標水分%-試料水分%}{100%-目標水分%} \times 供試量 (g)$$

# (イ) 製粉操作

a 粉受け引出し、ふすま受け引出し、ふるいの位置を確認した後スイ

ッチを入れ、リールぶるい(60GG)が矢印の方向に異常なく回転することを確かめる。

- b 試料供給口を閉めて、ホッパーに試料を入れる。スイッチを入れ製 粉機の回転を始めた後、試料供給口を開いて試料を送る。原則として、 粉状質小麦は試料供給目盛を5ないし6、その他小麦は試料供給目盛 を6ないし7として試料を供給する。
- c ホッパーに試料がなくなって5秒以上経過してから運転を一時停止 する。ロール、ファン、扉のフィルター、扉の粉受けブラシ等の掃除 を行った後、再び製粉機を廻しながら清掃時に付着した粉を集めて、 清掃穴から流しこみ、その後更に2分間以上運転する。
- e リールぶるいをとりはずし、中に残った試料はふすまに加えて小麦 粉及びふすまの重量を0.1gまでひょう量する。
- f 小麦粉はポリエチレン袋に入れて保存する。

# ア 測定操作

- (ア) メーカーで調整済みとなっているので、特に調整する必要はないが、 ペンが記録紙上をスムーズに動き、用紙の目盛と温度計の読みとが合致 しているか否かあらかじめテストしておく。
- (イ) 水分13.5% (測定方法は標準計測方法第2の1の(1)による。) ベースとして65.0gの試料をひょう取する。

具体的にはひょう取量を次の式により算出する。

ひょう取量 (g) = 
$$\frac{4,912.9}{89.083-粉砕試料の水分(%)}$$

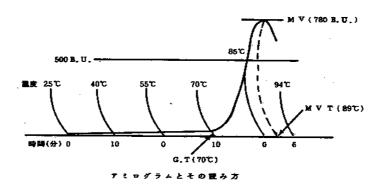
- (ウ) 450mlの自動ビュレットに純水を満たす(コックの下の部分は空にしておく。)。
- (エ) かく拌容器にビュレット内の水の約1/5をとり、イでひょう取した試料を入れ、かく拌器を容器にかぶせてハンドルを20回転させ、よくかく拌し小麦粉の懸濁液を作成する。
- (オ) アミログラフ左側のレバーを確実に押し下げることによりアミログ ラフ上部を上げ、次いで上部を右側に回し、測定容器に調製されたエの 懸濁液を移す。この際ビュレットに残っている水でかく拌容器内壁に残 っている試料を洗い込む。
- (カ) フィーラーを測定容器に入れた後、アミログラフ上部を中央に戻す。 フィーラーを持ち上げて所定の位置に確実に連結して、アミログラフ上 部を降ろす。
- (キ) アミログラフの左側面にある温度計作動レバーの位置が 0 であることを確認して前面の温度計つまみを廻して温度計を25℃にセットする。
- (ク) ペン先を記録用紙に接触させて O BU及び O 分の線に合わせ、インクの出を確認する。
- (ケ) 温度計作動レバーをupにしてからメインスイッチとヒータースイッチを入れる。

- (コ) 懸濁液の粘度を記録し、ピークが出ればスイッチを切り温度計作動 レバーを0℃にする。
- (サ) 試験終了後ペン先をあげ、フィーラーを外し、アミログラフ上部を 確実に上げて右に回し、温度計についているのりを濡れ布で拭い取り、 測定容器を外し、フィーラーとともに水洗する。

#### エ 測定値の評価

通常、糊化開始温度(GT: Gelatinization Temperature)、最高粘度時の温度(MVT: Maximum Viscosity Temperature)、最高粘度(MV: Maximum viscosi-ty)を読みとる。糊化開始温度及び最高粘度時の温度は0.1℃まで、最高粘度は5BUまで読みとる。

# [アミログラフチャート]



# 才 測定誤差

フィーラーはプレート型とするが、同一試料でも機械が異れば、最高粘度で±10%の差がみられることがある。しかし、一つの機械では標準誤差が10BUを超えることはないといわれている。

## 5 粒度

(1) 適用品目 小麦粉

# (2) 器具

ア ふるい

目の開き149 $\mu$ m ± 1  $\mu$ m (9 XX) の布製ふるい (径14cm、深さ4 cm)、木製枠

イ はかり

#### (3) 測定操作

試料20.0gをはかりでひょう取し、紙等を敷いた上でふるう。この場合の動作は、右手にふるいを持ち、ふるい面の各点が1分間に200回の割合で直径約5cm水平円を描くように動かし、1回転ごとにふるいを左手のひらにたたきつけるようにする。1分間ふるった後、ふるい面に粉塊があればつぶしてほぐし、受けるものを替える。以後15秒ごとにふるい下に落ちた粉を量り0.1g未満となるまで繰り返す(通常最初の15秒間で0.1g未満となる。)。ふるい上に残ったものをはかりで量る。

(4) 測定値の算出

粒度 (%) = ふるい上の重量 (g) 
$$\times \frac{1}{20} \times 100$$

#### 6 灰分

(1) 適用品目

玄米、精米、小麦、大麦、はだか麦、精大麦、精はだか麦、精小麦、小麦 粉及び米穀粉

(2) 装置及び器具

ア マッフル炉 (パイロットメーター温度計付き)

イ デシケーター (真空コック付き中板径18cm程度、乾燥剤としてシリカゲルを用いる。)

- ウ 磁製ルツボ (15ml、ふた不用)
- エ その他の器具:はかり、化学天びん、試料粉砕器(水分測定用ロール式)、 電熱器(500W以上)、ルツボ挟(普通のもの及びマッフル用長柄)及び全 量ピペット(5 ml)

# (3) 試薬

酢酸マグネシウム 6 gに水50m $\ell$ を加え、酢酸 1 m $\ell$ を添加してよく混合し、湯せんで温めて溶かす。これにメタノール450m $\ell$ を加えて混合し助燃剤とする。

穀類等リン酸が陽イオンに対して過剰に存在する試料では、灰が溶融して 完全灰化が困難な傾向がある。これを防ぐ目的でここでは酢酸マグネシウム を添加し灰化を促進させる方法を用いる。

# (4) 測定方法

## ア 測定操作

- (ア) 恒量に達したルツボをデシケーターに移し放冷の上、重量を精密に 量ってルツボの恒量を出す。
- (4) 試料5gをはかり取り、あらかじめ恒量を求めておいたルツボに入れ、 重量を精密に量る。なお、粒状の試料は、試料粉砕器で粉砕後、ルツボ に入れる。
- (ウ) 助燃剤 5 m0を全量ピペットで採り試料の全面にむらなく加え 5~10 分の浸透時間を置いて点火し、あらかじめ加熱しておいた電熱器上で煙 が出なくなるまで予備灰化する。
- (エ) 試料が炭化した後、あらかじめ700℃に昇温してあるマッフル炉に入れて炉の温度を700℃に維持し、灰の色が白色ないし淡色となるまで灰化を続ける。なお、灰化が不十分な場合は、更に灰化を続ける。
- (オ) 灰化が終了後デシケーターに移して放冷し、真空コックを徐々に開いて空気を入れる。ルツボはデシケーターから取り出した後、なるべく 手早く重量を精密に量る。

# イ ブランク測定

あらかじめ恒量を求めたルツボ 3 個以上に助燃剤 5 m0を全量ピペットでそれぞれ採り、70 C 以下で蒸発させてから試料と同様にマッフル炉で焼き上げる。

ウ 測定値の算出

灰分 (%) = 
$$\frac{\text{W2-W0-B}}{\text{W1-W0}} \times 100$$

W<sub>0</sub>:ルツボの恒量 (g)

W<sub>1</sub>: 試料の入ったルツボの重量(灰化前)(g) W<sub>2</sub>: 試料の入ったルツボの重量(灰化後)(g)

B:ブランクの重量(g)

エ 平行測定の許容差

穀粒についての測定値の差は、灰分値として麦類では0.03%以内、これら以外のものは0.02%以内とする。

# 7 酸度及び酸性度

穀類等に含まれる脂肪や炭水化物等の成分は、経時的に分解、酸化されて脂肪酸その他各種の有機酸を生ずるので、試料中の酸を有機溶剤や水を用いて抽出し、アルカリ標準液で中和滴定して得られる脂肪酸度あるいは水溶性酸度の数値は、穀類及びその製品等の変質程度を知るための重要な指標となる。

なお、酸度の表示には次のような方法がある。

(1) 滴定に要したアルカリ標準液の消費量で表すが、この方法も更に次のように分かれる。

ア 一定量の試料を中和するのに要する水酸化カリウムのmg数で表す。

- イ 一定量の試料を中和するのに要する一定濃度の水酸化カリウム標準液のm0数で表す。
- (2) アルカリの中和滴定で反応した酸の量で表す。ただし穀粒中には種々の酸が含まれ各々アルカリとの反応量が異なるから、比較的多く含まれている乳酸で代表させ、乳酸%で表す。

また、酸性度とは試料溶液中の水素イオンの濃度、すなわち酸性あるいは アルカリ性の強弱の程度をいうが、酸度と同様の目的で測定する。

(3) 脂肪酸度

ア 滴定による方法

- (ア) 適用品目 玄米及びその他の穀類
- (イ) 装置及び器具
  - a 水分測定用乾燥器
  - b ウィリー粉砕器(直径1.5mm丸目ふるいを付けたもの)又は超遠心 粉砕機(0.5mmのスクリーンを付けたもの)
  - c その他の器具:化学天びん、はかり、丸型カルトン又はシャーレ、

三角フラスコ (100及び200ml)、メスシリンダー (50ml)、メスピペット (10ml)、ロート (径7cm)、ロート台、自動ビュレット (1目盛0.05ml) 及びろ紙 (No.2、径12.5cm~15cm)、時計皿

## (ウ) 試薬·試液

a 0.05mo1/0水酸化カリウム標準液

水酸化カリウム6.5gをひょう取し、水を加えて正確に20とする。この水酸化カリウム溶液10m0に標準計測方法の第1の8の(2)のメチルレッド・メチレンブルー混合指示薬 $1\sim2$ 滴を加えて、標準計測方法の第1の8の(3)のオの0.05mol/0硫酸標準液で液が緑色から無色に変わるまで滴定し、モル濃度係数を求める。

- b 0.04%フェノールフタレイン指示薬 フェノールフタレイン0.4gをエタノール10に溶解する。
- c 滴定用比色標準液
  - (a) 過マンガン酸カリウム0.10gを精密に量り、水100mlに溶解して 原液とする。この原液の使用期限は、着色瓶に入れて冷暗所に保存 した状態で2カ月以内とする。
  - (b) 100mlの三角フラスコに水50mlずつをとり、0.1%重クロム酸カリウム水溶液を0.5mlきざみで0.5~3.0ml程度の範囲で加えて、数段階の黄色の液を2組調製し、1組に0.01%過マンガン酸カリウム溶液 a の原液1に対して9の割合で水を加える。) 2.5mlを加えて滴定用比色標準液とする。
- d トルエン
- (エ) 測定方法
  - a 測定操作
    - (a) 試料30gを丸型カルトン等に粒が重ならないように入れ、あらか じめ90~95℃に調整した水分測定用乾燥器で1時間乾燥する。乾燥 後、直ちに粉砕を行うが、ウィリー粉砕器の場合は、乾燥した試料 を粉砕機で粉砕した後、再度粉砕機に戻して粉砕する(2度粉砕)。
    - (b) 粉砕後、直ちに試料20.0gをひょう取し、200mlの三角フラスコに入れ、トルエン50mlを加えた上、コルク栓又はゴム栓で密せんをする。これを1分間振とうしてから1時間置き(途中15分後、30分後及び45分後にそれぞれ1分間振とうする。)、その後1分間振とうし、抽出液とする。
    - (c) ろ紙を用いて50mlのメスシリンダーを受器として、ロートに時計皿で蓋をすることにより溶媒の蒸発を抑えながらbの抽出液をろ過し、最初のろ液25mlをとって100mlの三角フラスコに移し、0.04%フェノールフタレイン指示薬25mlを加える。
    - (d) この試料液を0.05mo1/ℓ水酸化カリウム標準液で滴定する。 滴定の終点は、(c)のろ液と同様の黄色を示す(f)のcの(b)の重 クロム酸カリウム水溶液に対応する重クロム酸カリウムを含む(f)

の c の (b) の比色標準液と同色を呈するところとする。

- (e) 上記測定に使用したトルエン25mlと0.04%フェノールフタレイン指示薬25mlを三角フラスコに採って滴定量を求めブランクとする。
- b 測定値の算出

測定値は、次の式により算出し、試料100gを中和するに要する水酸 化カリウムのmg数として表す。

脂肪酸度 (水酸化カリウムmg) = 
$$(A-B) \times f \times 2.805 \times \frac{100}{S} \times \frac{C}{D}$$
  
=  $(A-B) \times f \times 2.805 \times \frac{100}{20} \times \frac{50}{25}$   
=  $(A-B) \times f \times 28.05$ 

A : 0.05mo1/ℓ水酸化カリウム標準液の滴定量 (mℓ)

B : ブランク滴定量 (m0)

C: 試料の抽出に用いた液量

D:滴定に供した液量

f:0.05mo1/0水酸化カリウム標準液のモル濃度係数

2.805:0.05mo1/ℓ水酸化カリウム標準液1mlに含まれる水酸化カリウムのmg数

S : 供試量 (g)

ア 吸光度を測定する方法

(ア) 適用品目

玄米及び精米

(イ) 装置及び器具

- a 超遠心粉砕機 (0.5mmのスクリーンを付けたもの)
- b 遠心分離器
- c 分光光度計
- d 恒温槽
- e その他の器具:化学天びん、パスツールピペット、メスフラスコ (50m l)、共栓付遠沈管 (10ml)、全量ピペット (1、2、3、4及び6ml) 及びメスピペット (5及び10ml)
- (ウ) 試薬·試液

トルエンを除き試薬特級以上のものを用いる。

- a トルエン (1級)
- b クロロホルム
- c 銅試液

1 mol/ℓトリエタノールアミン水溶液 9 容量と 1 mol/ℓ酢酸水溶液 1 容量及び 5 w/v%硝酸銅水溶液10容量の割合で混合して調製する。

d 発色試液

ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム0.066gをイソブタノールに

溶解して50mlとする。

- e リノール酸(生化学分析用)
- (エ) 試料の調製試料5gを粉砕する。
- (オ) リノール酸標準液の調製

リノール酸28.0mgを精密にはかり、トルエンで正確に50mlにする。 この溶液から、全量ピペットで1、2、4及び6mlを採り、各々にトルエンを加えて10mlにする。これらをそれぞれ0.2、0.4、0.8及び1.2mol/ Qの濃度のリノール酸標準液とする。

#### (カ) 測定操作

- a 粉砕した試料1.00gを精密にはかり共栓付遠沈管に採り、トルエン6m0を加えて、10秒間振とうし、30℃に調整した恒温槽内に1時間置き(途中30分後に取り出して10秒間振とうする)、その後10秒間振とうした後に3,000rpmで5分間遠心分離の上、上澄み液を試料液とする。
- b 試料液及び各リノール酸標準液各々1m0を共栓付遠沈管に採り、クロロホルム4m0を添加した後銅試液2.5m0を加え強く振とうする。3,000rpmで5分間遠心分離し、上部の青色の水層をピペットを用いて除去した後、無色のクロロホルム層から正確に3m0を別の共栓付遠沈管に採る。これに発色試液0.5m0を添加し振とうする。これを20℃に調整した恒温槽内で30分間置いて液温を調製し、測定液とする。
- c 分光光度計により次の手順で波長440nmの吸光度を測定する。分光 光度計の操作については、当該機種の操作説明書によることとする。
  - (a) ブランク液 (クロロホルム 3 mlに発色試液0.5mlを添加した液を 20℃に調整した恒温槽内で30分間置いて液温を調整したもの) で分光光度計のゼロ点調整を行う。
  - (b) 各測定液を測定する。

## (キ) 測定値の算出

- a リノール酸標準液を処理して得た測定液の吸光度とリノール酸標準液の濃度から検量式を作成し、試料液を処理して得た測定液の吸光度を検量式に代入し、カの(ア)の試料液中のリノール酸換算脂肪酸を求める。
- b 次式により測定値を小数点以下1位まで算出する。

脂肪酸度 
$$(mg \cdot KOH/100g) = C \times \frac{6}{1 \times 1,000} \times 100 \times 56.1 \times \frac{100}{100 - m}$$

$$= \frac{3,366 \cdot C}{100 - m}$$

C: 試料液中のリノール酸換算脂肪酸濃度 (mo1/l)

56.1: ΚΟΗの分子量

m:粉砕試料の水分値(%)

(4) 水溶性酸度

# ア 適用品目

精米及び小麦

## イ 装置及び器具

- (ア) ウィリー粉砕器(直径1.5mm丸目ふるいを付けたもの)
- (4) 定温器
- (ウ) その他の器具:はかり、三角フラスコ (100及び500ml)、メスシリンダー(50ml)、メスピペット (1 ml)、ロート (径 7 cm)、ロート台、自動ビュレット (1 目盛0.05ml) 及びろ紙 (No.2)

# ウ 試薬・試液

- (ア) 0.05mo1/Q水酸化カリウム標準液
  - (3) のアの(ウ) の a に同じ。
- (イ) 1%フェノールフタレイン指示薬 フェノールフタレイン1gをエタノール100mlに溶解する。

#### エ 測定方法

- (ア) 測定操作
  - a 試料30gを粉砕機で粉砕した後、再度粉砕機に戻して粉砕する(ただし、外国産農産物の検査実施マニュアル手順2の第2の2に定める 異常のある農産物の場合は、水分測定用ロール粉砕器で粉砕する)。
  - b 粉砕した試料20.0gをはかりでひょう取し、500mlの三角フラスコに 入れる。

これに40℃の水200m $\ell$ を加えて、コルク栓又はゴム栓でふたをし1分間振とうした後、あらかじめ40℃に調整した定温器に入れ1時間置く(途中30分後に取り出して1分間振とうする。)。その後1分間振とうし、抽出液を作製する。

c ろ紙を用いて50mlのメスシリンダーを受器として(4)の抽出液をろ 過し、最初のろ液50mlを採って100mlの三角フラスコに移す。これに 1%フェノールフタレイン指示薬0.5mlを加えてから0.05mol/l水酸化 カリウム標準液で滴定する。

滴定の終点は、液がわずかに赤色を呈し、かつ、これが30秒間消えないところとする。

(イ) 測定値の算出

水溶性酸度の算出及び表示は次のいずれかによる。

a 精米の場合(試料100gを中和するのに要する水酸化カリウムのmg数)

水溶性酸度(水酸化カリウムmg) 
$$=$$
 A×f×2.805×  $\frac{100}{S}$ ×  $\frac{B}{C}$ 

$$=$$
 A×f×2,805×  $\frac{100}{20}$ ×  $\frac{200}{50}$ 

$$=$$
 A×f×56.1mg

b 小麦の場合(乳酸%)

1 B

水溶性酸度(乳酸%) = 
$$A \times f \times 0.0045 \times \frac{}{S} \times \frac{}{C} \times 100$$
  
=  $A \times f \times 0.0045 \times \frac{1}{20} \times \frac{200}{50} \times 100$   
=  $A \times f \times 0.09$  (%)

A : 0.05mol/ℓ水酸化カリウム標準液の滴定量 (mℓ)

B: 試料の抽出に用いた液量 (ml)

C: 滴定に供した液量 (ml)

f : 0.05mo1/0水酸化カリウム標準液のモル濃度係数

2.805 : 0.05mo1/0水酸化カリウム標準液1m0中に含まれる水酸化カ

リウムのmg数

0.0045: 0.05mo1/Q水酸化カリウム標準液1mQの乳酸相当量

S : 供試量

## (5) 酸性度

ア 適用品目

玄米、精米、小麦及びその他の穀粒

イ 装置及び器具

第2の10の(1)のガラス電極水素イオン濃度計 (pH計)、はかり、ビーカー (100m0)、洗浄ビン及びガラス棒

ウ 測定操作

試料5.0gをひょう取し、ビーカーに入れて水25m0を加えて直ちに1分間かく拌し、3分間放置して更に1分間かく拌した後、この液にpH計の電極を浸して指針が安定したら指度を読む。

# 8 とう精度

(1) 適用品目

精大麦、精はだか麦及び精小麦

(2) 測定方法

標準計測方法の第2の14の方法によることとする。

(3) 供試量

測定試料及び対照試料の供試量は約3gとする。

# 9 塩化ナトリウム

(1) 適用品目

もみ、玄米、小麦、大麦及びはだか麦

(2) 器具

試験管、コマゴメピペット等

- (3) 試薬・試液
  - 0.1mo1/ℓ硝酸銀試液:硝酸銀1.7gを水100mℓに溶解する。
- (4) 測定操作

試料約5gを試験管にとり、0.1mol/ℓ硝酸銀試液10mℓを加えて振とうした後、同様に処理した対照試料と液の白濁の状態を比較する。

### 10 白度

(1) 適用品目

玄米、精米、精大麦、精はだか麦、米穀粉、小麦粉及びでん粉

(2) 測定装置

光電管白度計(粒体用及び粉体用)、フォト・ダイオード白度計

(3) 測定操作

ア 温度の安定した部屋のなるべく水平な場所に設置し、振動の激しい場所 やほこりの多い場所などは避ける。

- イ 精米など穀粒の場合は粒体用白度計を使用し、穀粉などの粉体の場合は 粉体用白度計を使用する。
- ウ 光電管白度計の場合、電源スイッチを入れて15分程おいて機器を安定させてから白度計のシャッターを閉じ、メーターの指針をゼロに合わせる。 次に付属の白度標準板を測定部に入れ、シャッターを開いてメーター指針を白度標準板の数値に合わせる。再度この操作を繰り返して確認する。

フォト・ダイオード白度計の場合は、あらかじめ試料ケースに白度標準板を入れ測定部にセットした後電源スイッチを押すと、警報ランプが点灯し内蔵の自動調整機能が作動する。

自動調整が終了すると警報ランプが解除され、白度標準板の数値が表示 部に表示される。このとき、白度標準板をセットしないで電源スイッチを 入れると別の警報ランプが点灯するので、この場合は、電源スイッチを切って再度最初から操作をやり直す。

表示された数値が白度標準板の数値と同じであることを確認する。もし、 数値に差異のある場合は感度ボタンを押して合わせる。

なお、白度標準板の表面や試料ケースのガラス面は油汚れやホコリが着 かないようにきれいにしておく。

エ 光電管白度計の場合は、試料皿に試料を入れ付属のへらで押しながら試料の表面を平らにする(一定量を一定の詰め方で入れるようにする。)。

フォト・ダイオード白度計は、試料皿に多少多めに試料を採り、試料ケースに入れてフタをしっかり閉める。

この場合試料中の全粉状質粒は原則として除く。

オ 測定部に入れて測定する。 測定に当たっては、その都度白度標準板合わせを行った上測定する。

(4) 測定値

白度計の目盛の指度とし、数回繰り返し計測した値の平均値とする。

11 炊飯特性(加水吸水率、膨張容積及び溶出固形物)及び炊飯液のヨウ素呈色 度 (1) 適用品目

精米

- (2) 装置及び器具
  - ア 電気炊飯器(1.80炊き)
  - イ 金網かご(直径40mm、高さ75mm)
  - ウ トールビーカー(200ml、それぞれの重量差が±2gのもの)
  - エ 分光光度計(石英セルの波長は10nm)
  - 才 水分測定用乾燥器
  - カ その他の器具:はかり、化学天びん、デシケーター、ひょう量缶、全量 ピペット(1、2及び25mℓℓ)、メスフラスコ(100及び200mℓℓ)、ガラス棒及び 温度計
- (3) 試薬·試液

ョウ素・ョウ化カリウム試液(ョウ化カリウム2.0g及びョウ素0.2gに水を加えて溶かし100m0とする。)

(4) 測定方法

ア 試料の調製

手よりで砕米、被害粒を除き整粒のみを供試する。

- イ 測定操作
  - (ア) あらかじめ重量を測った金網かごに試料10.0gを入れ軽く水洗いし、この金網かごとトールビーカーが接しないように30℃の水150m2を入れたトールビーカー内にガラス棒を使って金網かごを吊るす。直ちに、このトールビーカー6個をトールビーカー内の水面と水面の高さが同じになる量の水を沸騰させた電気炊飯器内に、トールビーカーと鍋底の間が1cm程度開くように金網等に載せて電気炊飯器の内壁に添って並べ、電気炊飯器の中央には水だけを入れたトールビーカーを置く。

電気炊飯器のふたをして正確に25分間炊飯し、金網かごを取り出す。

- (4) 溶出固形物を測定する場合は、アのトールビーカー内の液に湯を加えて150mlとし、かく拌したものから正確に25mlをあらかじめ恒量を測ったひょう量缶に採る。これを100~105℃に調整した水分測定用乾燥器内で乾固した後、105℃で1時間乾燥する。このひょう量缶をデシケーターに移して放冷し、重量を精密に量り、乾固物の重量を求める。
- (ウ) ヨウ素呈色度を測定する場合は、アのトールビーカー内の液を放冷の上、水を加えて正確に200mlとし、この1mlと水とヨウ素・ヨウ化カリウム試液2mlを合わせて正確に100mlとし、15分間置き測定液とする。
- ウ 測定及び測定値の算出
  - (ア) 加熱吸水率の算出

イの(ア)の電気炊飯器から取り出した金網かごを10分間置いた後、重量を測って米飯の重量を求め、次式により測定値を算出する。

加熱吸水率(%)= 
$$\frac{W}{10} \times 100$$

W:炊飯後の飯の重量(g)

10: 供試量 (g)

(イ) 膨張容積の算出

イの(ア)の電気炊飯器から取り出した金網かごを10分間置いた後、金 網かご内の飯の高さを4か所で測り、その平均値(cm)に12.56(金網かご の底面積)を乗じて測定値(ml)とする。

膨張容積(ml)= H × 12.56

H:炊飯後の飯の高さ

(ウ) 溶出固形物の算出

溶出固形物(g)= D × 
$$\frac{150}{25}$$
 = D × 6

D: イの(イ)で求めた乾固物の重量 ョウ素呈色度の測定 厚さ1cmのイの(ウ)の測定液の波長600nmの吸光度を測定し、吸光度を 測定値とする。

### 12 とう精歩留及び白度

(1) 適用品目

大麦及びはだか麦

(2) 装置及び器具

ア とう精機(電動パーラー)

イ 白度計

ウ その他の器具:はかり、精米ぶるい(針金25番線、ふるい目の開きが1.7 mm) 及びストップウォッチ

(3) 3分間区切りでとう精する方法

同一試料について3分間を区切として10回(累計時間30分間)繰り返して とう精を行い、その区切ごとの歩留及び白度を測定する。

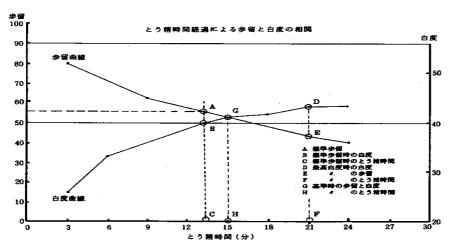
ア 測定方法

- (ア) 電動パーラーの条件
  - a ロール回転数及び供試量

大麦:回転数=1,120回/分、供試量=小粒大麦200g、大粒大麦180g はだか麦:回転数=1,020回/分、供試量=200g

- b ロール番手 36番
- (イ) とう精方法及び測定
  - a 試験に入る前に少なくとも30分間は不要試料のとう精を行いロール を暖める。
  - b 電動パーラーを作動させながら規定量の試料をとう精部に投入す る。
  - c 試料の投入から3分間経過したときに排出板を抜き、試料を受箱に 落とした後電動パーラーを停止する。

- d 精米ぶるいで試料から糠等を除去し、ふるい上のものをはかりでひょう量してその重量を供試した玄麦の重量で除して歩留を算出する。
- e 歩留を算出した後、10により白度を測定する。
- f dでふるいの上に残ったものをb及びcの方法で3分間とう精し、d及びeの方法で歩留及び白度を測定することを10回繰り返す。ただし、繰り返し回数が10回に達する前に(ウ)のaからcのすべてが確認できればその時点で中止して差し支えない。
- (ウ) 測定値(標準歩留、最高白度時歩留、基準的歩留等)の読み取り 「とう精時間経過による歩留と白度の相関図」



(イ)のd及びeから得られた歩留及び白度をとう精時間経過毎に整理の上、「とう精時間経過による歩留と白度の相関図」の例に順じてグラフを作成し、そのグラフから次の事項を読みとる。

- a 標準歩留(大麦55%、はだか麦60%)時のとう精時間及び白度
- b 最高白度時(白度がおおむね高位に安定しはじめたと考えられる時点)の歩留、とう精時間及び白度(10回の繰り返し中に最高白度が記録されない場合はその旨記入する。)
- c 基準時(歩留と白度との推移曲線が交差する時点)のとう精時間、 歩留及び白度
- (4) 連続作動でとう精する方法

一定白度又は一定歩留まで連続してとう精を行い、その時のとう精時間、歩留及び白度を測定する。

# ア 測定方法

- (ア) パーラーの条件(3)の(ア)の a に同じ。
- (イ) とう精方法及び測定
  - a 試験に入る前に少なくとも30分間は不要試料のとう精を行いロールを暖める。
  - b 電動パーラーを作動させながら、規定量の試料をとう精部に投入する。
  - c 目標の歩留又は白度に達したと思われる時に排出板を抜き、試料の

投入からの時間を記録する。なお、試料を受箱に落とした後電動パー ラーを停止する。

- d 精米ぶるいで試料から糠等を除去し、ふるい上のものをはかりでひょう量し、その重量を供試した玄麦の重量で除して歩留を算出するとともに、10により白度を測定する。
- e 歩留又は白度を目標値と比較し、必要な場合は時間を延長又は短縮 して、再度玄麦からとう精を行う。
- (ウ) 測定値は、目標歩留におけるとう精時間及び白度又は目標白度におけるとう精時間及び歩留である。

# Ⅳ 農産物の生産年度等の理化学測定

農産物検査を行うに当たり、生産年度、種類(もち、うるち)、なまぐさ黒穂 病率及びでん粉のきょう雑物について肉眼鑑定が困難な場合には、次の方法によ る理化学測定の結果を活用して判定する。

### 1 穀類の新鮮度の判定

穀類の新鮮度は、その成分や性状が酸化作用等により経時的に低下するが、 特に諸成分の酸化による酸性度や呼吸に関係する酵素の活性等に著しい特徴が 見られる。このためこの特徴に着目し、その変化の程度を試薬の呈色反応等を 利用することにより、比較的簡易な方法で穀類の新鮮度を測定することが可能 であることから、生産年度の判定に活用することができる。

一方、穀類の成分や性状は、品種及び肥培管理等の生産条件や収穫・乾燥・調整等の方法のほか保管条件によっても大きく異なる場合がある。例えば、低温保管されたものの一部に見られるように旧穀にもかかわらず新穀らしい反応を示したり、逆に新穀でありながら収穫乾燥条件によって旧穀のような反応を呈する等の事例もみられる。

したがって、新鮮度の測定に当たっては、これらの諸条件を十分に考慮する 必要があり、検査現場では穀粒の成分、性状の変化に影響を与える種々の条件 を考慮して、測定原理の異なるいくつかの方法を併用する必要がある。また、 反応の進行に影響を与える測定時の環境条件の違いに適切に対応するため、必 ず来歴の明らかな対照試料を同時に測定すること等にも留意して、慎重に対処 する必要がある。

#### (1) 使用機材

別に規定するほか次の機材を用いる。

穀類鮮度測定セット(又は、試験管、試験管立て、コマゴメピペット、洗 浄瓶、温度計等)、はかり、ピンセット、カルトン、ろ紙又は吸水性の紙等

### (2) 試薬

ア 試薬の調整は次による。

(ア) 1%グアヤコール試液

グアヤコール原試薬液を水で100倍に薄める。

グアヤコール原試薬液は油状を呈し水に溶けにくいので、水を加えた のち、十分振とうして完全に溶解したことを確認する。

(4) 3%過酸化水素水

市販の局方オキシドール (3%) を使用するときはそのまま、過酸化水素水 (30%) を用いる場合は、水で10倍に薄める。

- (ウ) 2%パラフェニレンジアミン試液 パラフェニレンジアミン2gに水100mlを加え、湯せんで加温し溶解する。
- (エ) 0.25%ヨウ化カリウム試液 ヨウ化カリウム0.25gを水100mlに溶解する。原試薬は塊状のため乳鉢

で磨砕後、水を加えるとよい。

- (オ) メチルレッド・ブロモチモールブルー混合指示薬 (酸性度指示薬) メチルレッド0.1g、ブロモチモールブルー0.3gをエタノール150mlに 溶かした後、水で200mlとする。
- (カ) 1%水酸化ナトリウム試液 水酸化ナトリウム1gに水100m0を加える。
- (キ) 0.1%TTC試液TTC(2.3.5-トリフェニルテトラゾリウムクロライド) 1gを水10に溶解する。

### イ 試薬の取扱い等

- (ア) 薬品類は原試薬、調整試液とも冷暗所に保存する。
- (4) 使用液の有効期間は保存時の条件等により影響されるので一概に示すことができないが、この種の試薬の良否は呈色反応で確認できることから、新しく調整した使用液と古い使用液のそれぞれを同一試料で処理し、試料の呈色状態が同じであれば、その古い使用液を使用してもよい。なお、これらの使用液は必要以上に調整しないようにする。
- (ウ) 試液調整に用いる水は精製水を使用することが望ましい。
- (エ) 特に光線により変質しやすい使用液は、直射日光に当たると極めて 短時間で着色し始めるので、使用するときは着色瓶に入れるかアルミは く等で包んだ瓶を使用する必要がある。しかし、温度に対してはそれほ ど鋭敏でない。

# (3) 測定操作等

呈色後の試料の水洗とは洗浄瓶等で水を注入し、振とう後水を捨てる操作を数回繰り返すことを言う。この場合の水は水道水等で差し支えない。

(4) 玄米の新鮮度

グアヤコール、パラフェニレンジアミン併用による方法

米粒中に存在する酵素の作用の強弱をみるものである。パラフェニレンジアミンはそれ自体が酸化還元反応により呈色するが、その機構は明らかでない。粒の呈色は、酵素力の強いものほど紫黒色となる。酵素力の弱いものは着色が遅い。

#### ア 使用液

1%グアヤコール試液、3%過酸化水素水及び2%パラフェニレンジア ミン試液

# イ 測定操作

試料50~100粒を試験管に採り、1%グアヤコール試液4mlを加えて振とうし、2分間静置してから3%過酸化水素水0.3mlを加えて振とう後、2%パラフェニレンジアミン試液3mlを加えて更に振とうの上静置する。 呈色後、試験管中の液を捨てて試料を水洗する。

静置後、経時的に呈色度合いが高くなるので静置から水洗までの時間は 一定時間を保つ。

### ウ 判定方法

新鮮度が高い米は、濃い紫黒色となり、新鮮度の低い米ほど着色が遅い。

### (5) 精米の新鮮度

ア 酵素力の変化の基づく方法

- (ア) グアヤコール、パラフェニレンジアミン併用による方法
  - a 使用液

1%グアヤコール試液、3%過酸化水素水及び2%パラフェニレン ジアミン試液

# b 測定操作

試料50~100粒を試験管に採り、1%グアヤコール試液4m0を加えて振とうし、2分間静置してから3%過酸化水素水0.3m0を加えて振とう後、2%パラフェニレンジアミン試液3m0を加えて更に振とうの上静置する。呈色後、試験管中の液を捨てて試料を水洗する。

静置後、経時的に呈色度合いが高くなるので静置から水洗までの時間は一定時間を保つ。

### c 判定方法

新鮮度が高い米は、濃い紫黒色となり、新鮮度の低い米ほど着色が遅い。

なお、この方法は、市販の流通精米に適用可能であるが、とう精後 6ヶ月程度はとう精直後と同等の呈色を示すため、とう精時期の判定 にはむかない。

また、無洗米については、新鮮度が劣るような呈色を示すため無洗 米の新鮮度判定にはむかない。

# (イ) ヨウ化カリウムによる方法

ョウ素一でん粉反応を利用したもので、過酸化水素を分解する酵素活性が弱い米粒の周辺に過酸化水素によるョウ化カリウムの分解によって生ずるョウ素が増加し、粒表面がョウ素一でん粉反応によって紫色に呈色する。したがって、呈色のうすい粒ほど新鮮度が高いといえる。

#### a 使用液

3%過酸化水素水及び0.25%ヨウ化カリウム試液

#### b 測定操作

ョウ化カリウム試液40m0をとり3%過酸化水素水1m0を加えてかく 拌し、液が落ち着いたら試料を入れ数分間静置する。(呈色が遅い場合は30℃程度に加温すると反応が促進される。)。静置後液を捨て、ろ紙に広げて粒ごとの着色を判定する。

## c 判定方法

酵素力の弱いものほど青紫色に着色する。試液の濃度が高過ぎても、 静置時間が長過ぎても見にくくなるので、試料に応じて工夫する。

### イ 成分の変化に基づき方法

米の酸性度は米粒が古くなるにつれて経時的に高まることを利用したも

ので、試料全体について判定する場合には浸出液の着色程度で判定する。 新鮮度の異なる粒の混入を判定したい場合には試液の濃度を高くして粒ご との着色の程度をみる。もっとも適切な指示薬の混合割合及び原液の希釈 割合などは、試料の酸性度の変化程度によって異なり、以下の調合方法は 絶対的なものではないので、試料に応じて工夫してみる必要がある。

この方法は、経時的変化以外の要因により酵素力の低下した資料の判定 にも有効である。なお、手数が煩雑となるが1粒づつを容器にとって判定 することも考えられる。

### (ア) 使用液

メチルレッド・ブロモチモールブルー混合指示薬(酸性度指示薬)及び1%水酸化ナトリウム試液

- (4) 液を呈色させて判定する方法
  - a 測定操作

メチルレッド・ブロモチモールブルー混合指示薬原液と水を1対50の割合で混合し、使用液とする。この液10mlに試料5gを入れて振とうし、液の呈色をみて判定する。

### b 判定方法

新鮮度が高いものほど緑色、老化の進んだものは黄色から橙色、更に赤色となる。

なお、この方法は、市販の流通精米に適用可能であるが、とう精後 6ヶ月程度はとう精直後と同等の呈色を示すため、とう精時期の判定 にはむかない。

また、無洗米については、新鮮度が劣るような呈色を示すため無洗 米の新鮮度判定にはむかない。

### (ウ) 米粒を呈色させて判定する方法

## a 測定操作

メチルレッド・ブロモチモールブルー混合指示薬原液と水を1対4の割合で混合する。その液に1%水酸化ナトリウム試液を加えて調整し、使用液とする。試料20粒から100粒程度を採り使用液10mlを加えて振とうする。粒が着色したら水洗して着色状態により判定する。

#### b 判定方法

老化が進むにつれて緑色から黄色、橙色、更に赤色となる。

なお、この方法は、市販の流通精米に適用可能であるが、とう精後 6ヶ月程度はとう精直後と同等の呈色を示すため、とう精時期の判定 にはむかない。

また、無洗米については、新鮮度が劣るような呈色を示すため無洗 米の新鮮度判定にはむかない。

## (6) 麦類(大麦、はだか麦、小麦)及び大豆の新鮮度判定

新鮮な穀類(特に胚芽の部分)は穀類中の成分を脱水素させる酵素(脱水素酵素)の力が強い。発生した水素は加えたTTCに作用し、無色のTTC

は還元されて赤色のフォルマザンとなる。したがって呈色した赤色の濃い穀 粒ほど鮮度が高いと言える。

なお、麦類等では過酸化水素脱水素酵素の力が衰えにくくグアヤコール反応による呈色が1年経過しても減少しないことが多いためTTC反応を利用している。

### ア 使用機材

(1)の機材の他、麦類の測定の場合は携帯用パーラー(麦用の円盤を装着したもの)、大豆の測定の場合は粒を粗砕する適当な器具

## イ 使用液

0.1% T T C 試液

### ウ 試料の調製

- (ア) 麦類の場合は、携帯用パーラーにより1回あたり100粒程度を一定時間 (パーリング時間はパーラーの機差、試料の種類、性状及び供試量等により相違があるので、個々のパーラーごとに予備試験を行い、最適条件をあらかじめ把握しておく。)パーリングし、試料の胚芽部の表皮が剥皮する程度まで調製する。
- (イ) 大豆の場合は適当な器具を用いて10粒程度をおおむね1粒あたり2 ~4分程度に粗砕する。

#### 工 測定操作

ウの(7)又は(4)により調製した測定用試料及び対照試料をそれぞれ試験管に採り、試料が十分浸る程度まで0.1%TTC試液を注入し、振とう後試験管立てに静置する。気温が低く呈色反応速度が遅延するおそれがあるときは適当な容器に入れた温水中に試験管を漬ける等の方法により20~40℃に維持することが望ましい。

### 才 判定方法

対照試料が所定の呈色(試料の呈色は、測定の温度、浸せき時間、試料の種類等の条件により異なるので対照試料についてあらかじめ予備試験を行い、標準的な呈色程度と上記条件との関係を把握しておく。)を示したとき、全試料についてできるだけ手早く試薬液を捨て、呈色反応の進行を防ぐ意味で数回水洗する。水切り後ろ紙又は吸水性のある紙等を敷いたカルトンに取り出し、対照試料の呈色の程度と比較判定する。

#### 2 もち、うるちの判定

米の種類の判定については、ヨウ素によるでん粉の呈色がもちは褐色、うるちは紫色であることから着色の差で、それぞれの混入率を知ることができる。また、ヨウ素溶液が濃すぎたり、処理時間が長すぎる場合は、着色が濃くなり判定が難しいが、熱湯で洗浄するともち米は白くなり識別が容易になる。

# (1) 玄米のまま判定する方法

#### ア 使用機材

はかり、ビーカー、試験管、メスシリンダー、ろ紙

#### イ 試薬

ヨウ素試液 I

ョウ化カリウム2gをはかりでビーカー等にひょう取し水10m0を加えて溶解し、次にメタノール (エタノールでもよい) 90m0とヨウ素2gを加えて溶解する。この場合ヨウ素は気化し易く、腐しょく性があるので手早くこぼさないように取り扱う。ひょう量さじは使用後直ちに水洗いする。

### ウ 測定操作

試料約5gを試験管に採りョウ素試薬 I 10m0を加え、更に70℃以上の湯約20m0を加えて軽く振り混ぜる。1.5~2分程度静置すると粒が着色してくる。これを水洗し、ろ紙上広げて判定する。うるちは紫黒色、もちは淡褐色ないし褐色を呈する。なお、判定の難しい粒がある場合は切断してみると胚乳部分はうるちで淡紫色、もちでは白色である。

### エ 判定方法

試料の呈色状況に応じ手より等でもち粒とうるち粒を選別し、それぞれ の重量比(又は粒数比でも可)を測定し、その混入率によって判定する。

(2) 胚乳部により判定する方法

適用品目:米穀

# ア 使用機材及び試薬

(ア) 使用機材及び試薬 機材は(1)のアに同じ。

# (イ) 試薬

# ヨウ素試液Ⅱ

ョウ化カリウム10gをはかりでビーカー等にひょう取し水10m0を加えて溶解し、ョウ素5gを加えョウ素が完全に溶けてから水100m0を加えて混和し試薬瓶に入れて原液とする。原液を水で100倍程度薄めて使用する。

### イ 試料の供試状態

胚乳部が露出している試料はそのまま、露出していないものは精白又は 切断し胚乳部を露出させて用いる。

## ウ 測定操作

試料を容器に採りョウ素試薬Ⅱをかぶる程度に入れ軽くかく拌すると粒が着色してくる。着色後水洗してろ紙上広げて判定する。うるちは紫色、もちは淡褐色ないし褐色を呈する。

# 工 判定方法

(1)のエに同じ。

#### 3 小麦の汚損度の判定

なまぐさ黒穂病菌胞子等によって汚染された粒を肉眼鑑定で油煙による汚染 と判別することが困難なことがある。これらは、製品の品質に影響を及ぼすも のもあるので穀粒に付着した汚損物(異物)を試薬で溶出し、その溶出液の濁 りとその呈色の状況により汚損の原因及びその程度が判定できる。

(1) トルエンによる判定方法

# ア 使用機材

はかり、試験管、試験管立て、コマゴメピペット又はメスシリンダー(100m 0)

#### イ 試薬

トルエン

### ウ 測定操作

試料約5gをはかりでひょう取し試験管に入れトルエン約5m0を加えてよく振とうし上下方向に20回程度、以下の振とうの場合も同じ。)2分間静置後、再度よく振とうした後、水約10m0(トルエン層が粒表面より上の位置に現れる程度)を加え試験管立てに立て上層部に分離したトルエン層の状態を観察する。

### エ 判定方法

- (ア) なまぐさ黒穂病菌胞子により汚損された小麦ではトルエン層が茶褐色となり、水との境に黒色~褐色の沈殿物がみられる。
- (4) 油煙により汚損された穀粒ではトルエン層が全体にうすい黒色となる。
- (ウ) ア及びイにより判定ができない場合は、顕微鏡によって判定する。
- (2) アルコールによる判定方法

# ア 使用機材

(1)のアに準ずる。

#### イ 試薬

エタノール又はメタノール

### ウ 測定操作

(1)のウに準ずるが、この場合は水を加える操作は行わず、使用した試薬のみで別の試験管に移し、その状態を観察する。

## 工 判定方法

判定方法は(1)のエに準ずる、ただし、この方法による場合の沈殿物は試験管の底にみられる。

# 4 きょう雑物の判定

でん粉の糖化テスト

でん粉に薄い無機酸を加えて長く煮沸すると、加水分解されて水溶液となりせん維、砂などのきょう雑物が判別できる。

## ア 使用機材及び試薬

はかり、三角フラスコ (200mℓ)、メスシリンダー (100mℓ)、20%硫酸 (硫酸と水を1対4に混合する。)

#### イ 測定操作

試料10g及び標準品10gをそれぞれはかりでひょう取し、それぞれ200ml

の三角フラスコに入れ水100mlをメスシリンダーで加え、更に20%硫酸10m lをメスシリンダーで加えて沸騰湯せんに入れ、途中数回かく拌しながら30 分間おく。液中の残渣からきょう雑物の混入の程度を判定する。

### ウ 判定方法

きょう雑物の混入の有無について、無いもの、ほとんど無いもの、少ないものを肉眼で判定し標準品と対比して行う。

# (2) でん粉のヨウ素テスト

でん粉は水には溶けないがこ(糊)化すると溶けるようになる。

試料を40℃程度の水で浸出処理した場合、試料中にこ化でん粉が混入していると、これから浸出してきた水溶性のでん粉により、上澄液にヨウ素反応が認められるようになるので、きょう雑物として含まれるこ化でん粉を検出することができる。

### ア 使用機材及び試薬

はかり (読み取り限度0.1g)、ビーカー ( $100m\ell$ )、0.1% ヨウ素試液 (ヨウ素0.1gとヨウ化カリウム2.0g水約 $50m\ell$ で溶かし、更に水を加えて $1\ell$ とする。)

#### イ 測定操作

試料10g及び標準品10gをそれぞれはかりでひょう取し、それぞれ100mlのビーカーに入れ温水(40°C)50mlを加えて、数回かく拌しながら5分間置き上澄液を分取し、0.1%ョウ素試液を適宜適加し着色の状態をみてこ化でん粉の混入程度を判定する。

# ウ 判定方法

(1)のウに同じ。

# 別表1

温度・湿度に基づく水分補正値の早見表 (105℃乾燥法の玄米用)

										温						度	(	C)								
		11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35
																							ماء			
	30	.16 .16	.16 .16	.16 .15	.15 .15	.15	.14	.13	.13	.12	.11	.11	.10	.09	.08 .08	.07 .07	.06	.05 .05	.04	.03	.02	.01	.0 0	.02	.03	.05 .06
	32	.16	.16	.15	.15	.14	.13	.13	.12	.11	.11	.10	.09	.08	.07	.06	.05	.04	.03	.02	.01	.01	.02	.03	.05	.06
	33	. 16	.15	. 15	.14	.14	.13	.12	.12	.11	.10	.09	.09	.08	.07	.06	.05	.04	.02	.01	.0 0	.01	.03	.04	.06	.07
	34	.16	.15	.15	.14	.13	.13	.12	.11	.11	.10	.09	.08	.07	.06	.05	.04	.03	.02	.01	.01	.02	.03	.05	.07	.08
	35 36	.15 .15	.15 .15	.14	.14 .14	.13	.13	.12 .12	.11	.10	.09	.09	.08 .07	.07 .07	.06 .05	.05 .04	.04	.02	.01	.0 0	.01	.03	.04	.06 .07	.07 .08	.09 .10
	37	.15	.14	.14	.13	.13	.12	.11	.11	.10	.09	.08	.07	.06	.05	.04	.03	.01	.0 0	.01	.03	.04	.06	.07	.09	.11
	38	. 15	.14	.14	.13	.12	.12	.11	.10	.09	.08	.07	.06	.05	.04	.03	.02	.01	.01	.02	.03	.05	.07	.08	.10	.12
	39	. 15	.14	. 1 3	.13	.12	.11	.11	.10	.09	.08	.07	.06	.05	.04	.03	.01	.0 0	.01	.03	.04	.06	.07	.09	.11	.13
	40	.14	.14	.13	.12	.12	.11	.10	.09	.08	.08	.07	.06	.04	.03	.02	.01	.0 0	.02	.03	.05	.06	.08	.10	.12	.14
	41	.14 .14	.14	.13	.12 .12	.12	.11	.10	.09	.08	.07 .07	.06	.05 .05	.04 .04	.03	.02	.0 0	.01	.02	.04	.05 .06	.07 .08	.09	.11	.13 .14	.15 .16
	43	.14	.13	.12	.12	.11	.10	.09	.08	.07	.06	.05	.04	.03	.02	.01	.01	.02	.04	.05	.07	.09	.11	.13	.15	.17
	44	. 1 3	.13	.12	.11	.11	.10	.09	.08	.07	.06	.05	.04	.03	.01	.0 0	.01	.03	.04	.06	.08	.09	.12	.14	.16	.18
	45	. 1 3	.13	.12	.11	.10	.09	.09	.08	.07	.06	.05	.03	.02	.01	.0 0	.02	.03	.05	.06	.08	.10	.12	.14	.17	. 19
	46	.13	.12	.12	.11	.10	.09	.08	.07	.06	.05	.04	.03		.0 0	.01	.02	.04	.05	.07	.09	.11	.13	.15	.17	.20
湿	47 48	.13	.12	.11	.11 .10	.10	.09	.08	.07 .07	.06	.05	.04	.03		.0 0	.01	.03	.04	.06 .07	.08 .08	.10	.12	.14	.16 .17	.18	.21 .22
,	49	.12	.12	.11	.10	.09	.08	.07	.06	.05	.04	.03	.02	.0 0	.01	.02	.04	.06	.07	.09	.11	.13	.15	.18	.20	.22
	50	. 1 2	.11	.11	.10	.09	.08	.07	.06	.05	.04	.03	.01	.0 0	.01	.03	.05	.06	.08	.10	.12	.14	.16	. 19	. 2 1	.23
	5 1	.12	.11	.10	.10	.09	.08	.07	.07	.05	.03	.02		.0 0	.02	.03	.05	.07	.09	.11	.13	. 15	.17	.19	. 2 2	. 24
	52	.12	.11	.10	.09	.08	.07	.06	.05	.04	.03		.0 0	.01	.02	.04	.06	.07	.09	.11	.13	.16	.18	.20	.23	.25
	53 54	.11	.11	.10	.09	.08	.07 .07	.06	.05 .05	.04	.03	.01	.0 0	.01	.03	.04	.06 .07	.08	.10	.12 .12	.14 .15	.16 .17	.19	.21	.24 .24	.26 .27
	55	.11	.10	.09	.08	.08	.07	.05	.04	.03	.02	.01	.01	.02	.04	.06	.07	.09	.11	.13	.16	.18	.20	.23	.25	.28
	56	.11	.10	.09	.08	.07	.06	.05	.04	.03	.02	.0 0	.01	.03	.04	.06	.08	.10	.12	.14	.16	.18	. 2 1	. 23	. 26	.29
	57	.11	.10	.09	.08	.07	.06	.05	.04	.02	.01	.0 0	.02	.03	.05	.07	.08	.11	.13	. 15	.17	. 19	.22	. 24	. 27	.30
度	58	.11	.10	.09	.08 .07	.07	.06	.04	.03	.02	.01	.01	.02	.04	.05	.07	.09	.11	.13	.15	.18	.20	.22	.25	.28	.31
尺	59 60	.10 .10	.09	.08	.07	.06	.05	.04	.03	.02	.0 0	.01	.03	.04	.06	.08	.09	.12	.14	.16 .17	.18	.21 .21	.23	.26 .27	.29	.32
$\widehat{}$	61	.10	.09	.08	.07	.06	.05	.04	.02		.0 0	.02	.03	.05	.07	.09	.11	.13	.15	.17	.20	.22	.25	.28	.31	.34
%	62	.10	.09	.08	.07	.06	.04	.03	.02	.01	.01	.02	.04	.05	.07	.09	.11	.14	.16	.18	.20	.23	. 26	.28	.32	.35
	63	.09	.08	.07	.06	.05	.04	.03		.0 0	.01	.03	.04	.06	.08	.10	.12	.14	.16	.19	. 2 1	. 2 4	. 26	. 29	.33	.36
	64 65	.09	.08	.07	.06	.05	.04	.03		.0 0	.02	.03	.05	.06 .07	.08	.11	.13	.15 .15	.17	.19	.22	.24 .25	.27 .28	.31	.34	.37 .38
	66	.09	.08	.07	.06	.04	.03	.02	.01		.02	.04	.06	.07	.09	.12	.14	.16	.18	.21	.23	.26	.29	.32	.35	.39
	67	.08	.08	.06	.05	.04	.03	.02	.0 0		.03	.04	.06	.08	.10	.12	.14	.16	.19	. 21	.24	.27	.30	.33	.36	.40
	68	.08	.07	.06	.05	.04	.03	.01	.0 0	.01	.03	.05	.06	.08	.11	.13	. 15	.17	.19	.22	.25	.27	. 3 1	.34	.37	.41
	69	.08	.07	.06	.05	.04	.02	.01	.0 0	.02	.03	.05	.07	.09	.11	.13	.15	.18	.20	.23	.25	.28	.32	.35	.38	.42
	70 71	.08 .08	.07 .07	.06	.05 .04	.03	.02	.01	.01	.02	.04	.05 .06	.07	.09 .10	.12 .12	.14 .14	.16 .16	.18	.21 .21	.23 .24	.26 .27	.29	.32	.36 .37	.39	.43 .43
	72	.07	.06	.05	.04	.03		.0 0		.03	.05		.08		.12			.19	.22	.25		.31	.34	.37	.41	.44
	73	.07	.06	.05	.04	.03	.01	.0 0	.02	.03	.05	.07	.09	.11	. 1 3	.15	.17	.20	.23	. 25	.28	.32	.35	.38	.42	.45
	74	.07	.06	.05	.04	.02		.0 0	.02	.04	.05	.07	.09	.11	. 13	.16	.18	. 2 1	.23	. 26	. 29	.32	.36	.39	.43	.46
	75	.07	.06	.05	.03		.01	3	.02	.04	.06	.07	.09	.12	.14	.16	.19	.21	.24	.27	.29	.33	.36	.40	.43	.47
	76 77	.07 .06	.05 .05	.04	.03		.0 0 .0 0		.03	.04	.06	.08 .08	.10	.12	.14 .15	.17 .17	.19 .20	.22	.24	.27 .28	.31	.34	.37	.41 .41	.44 .45	.48 .49
	78	.06	.05	.04	.03		.0 0		.03	.05	.07	.09	.11	.13	.15	.18	.20	.23	.26	.28	.32	.35	.39	.42	.46	.51
	79	.06	.05	.04	.02	.01	.01	.02	.04	.05	.07	.09	.11	.14	.16	.18	. 2 1	.23	. 26	. 29	.33	.36	.40	.43	.47	.52
	80	.06	.05	.03		.01	3	.02	.04	.06	.08	.09	.12	.14	. 16	.19	. 2 1	. 24	. 27	.30	.33	.37	.40	.44	.48	.53
	81	.05	.04	.03		.0 0		.03	.04	.06	.08	.10	.12	.15	.17	.19	.22	.25	.27	.31	.34	.38	.41	.45	.49	.54
	82	.05 .05	.04	.03		.0 0 .0 0		.03	.05 .05	.06 .07	.08	.11	.13	.15 .15	.17 .18	.20	.22	.25 .26	.28	.32	.35	.38	.42	.46 .47	.50 .51	.55 .56
	84	.05	.04	.02		.0 0		.04	.05	.07	.09	.12	.14	.16	.18	.21	.24	.26	.29	.33	.36	.40	.44	.48	.52	.57
	85	.05	.03		.01		.02	.04	.06	.08	.10	.12	.14	.16	. 19	. 2 1	. 2 4	.27	.30	.34	.37	.41	.45	.49	.53	.57
	86	.04	.03		.0 0		.03	.04	.06	.08	.10	.12	.14	.17	. 19	.22	. 25	.28	.31	.34	.38	.41	.45	.49	. 5 4	.58
	87	.04	.03		.0 0		.03	.05	.06	.08	.10	.13	.15	.17	.20	.23	.25	.28	.32	.35	.38	.42	.46	.50	.55	.59
	88	.04	.03		.0 0		.03	.05 .05	.07 .07	.09	.11	.13	.15 .16	.18	.20 .21	.23	.26 .27	.29	.32	.36 .36	.39 .40	.43 .44	.47 .48	.51 .52	.56 .57	.60 .61
	90	.04	.02		.01			.06	.07		.12	.14			.21	.24			.33			.45.				.62
	l																									

(注) 本表は温度・湿度が(20  $\mathbb{C}-60$  %)を基準にして作成したものであり、階段状の線の右側はプラス補正左側はマイナス補正である。

別表2

ブラウエル穀粒計指度換算表

目 盛	g/l								
1 1 0	909	1 3 5	7 4 1	1 6 0	6 2 5	185	5 4 1	2 1 0	476
1 1 1	901	1 3 6	7 3 5	1 6 1	6 2 1	186	5 3 8	2 1 1	474
1 1 2	893	1 3 7	7 3 0	162	6 1 7	187	5 3 5	2 1 2	472
1 1 3	885	1 3 8	7 2 5	163	6 1 3	188	5 3 2	2 1 3	4 6 9
1 1 4	8 7 7	1 3 9	7 1 9	1 6 4	6 1 0	189	5 2 9	2 1 4	4 6 7
1 1 5	8 7 0	1 4 0	7 1 4	165	6 0 6	1 9 0	5 2 6	2 1 5	4 6 5
1 1 6	862	1 4 1	7 0 9	166	6 0 2	1 9 1	5 2 4	2 1 6	463
1 1 7	8 5 5	1 4 2	7 0 4	1 6 7	5 9 9	1 9 2	5 2 1	2 1 7	4 6 1
1 1 8	8 4 7	1 4 3	6 9 9	168	5 9 5	193	5 1 8	2 1 8	4 5 9
1 1 9	8 4 0	1 4 4	6 9 4	169	5 9 2	1 9 4	5 1 5	2 1 9	4 5 7
1 2 0	8 3 3	1 4 5	690	1 7 0	588	1 9 5	5 1 3	2 2 0	4 5 5
1 2 1	8 2 6	1 4 6	685	1 7 1	5 8 5	196	5 1 0	2 2 1	4 5 2
1 2 2	8 2 0	1 4 7	6 8 0	172	5 8 1	197	5 0 8		
1 2 3	8 1 3	1 4 8	6 7 6	173	5 7 8	198	5 0 5		
1 2 4	806	1 4 9	671	174	5 7 5	199	5 0 3		
1 2 5	800	1 5 0	6 6 7	1 7 5	5 7 1	200	5 0 0		
1 2 6	7 9 4	1 5 1	6 6 2	1 7 6	5 6 8	201	4 9 8		
1 2 7	7 8 7	1 5 2	6 5 8	1 7 7	5 6 5	202	4 9 5		
1 2 8	7 8 1	1 5 3	6 5 4	1 7 8	5 6 2	203	493		
1 2 9	7 7 5	1 5 4	6 4 9	179	5 5 9	204	490		
1 3 0	769	1 5 5	6 4 5	180	5 5 6	2 0 5	4 8 8		
1 3 1	763	1 5 6	6 4 1	181	5 5 2	206	4 8 5		
1 3 2	7 5 8	157	6 3 7	182	5 4 9	207	483		
1 3 3	7 5 2	1 5 8	6 3 3	183	5 4 6	208	481		
1 3 4	7 4 6	1 5 9	6 2 9	184	5 4 3	209	4 7 8		

(目盛は試料100gに対するmlを表す)

## 別紙 【電気水分計仕様確認】

### 穀物の水分計の点検試験方法

穀物の水分は重量取引や加工品質に関わる重要な管理因子の1つである。同時に 輸送や保管に伴う品質変化にも影響する。そのため正確な測定が必要とされている。

農産物検査法では農産物規格規定により、水分の定義は105℃乾燥法によるものとなっている。標準計測方法において105℃乾燥法(以下、「標準方法」と略記する。)と同等の精度の水分計による測定が認められている。

標準方法は測定に専門的な技術と設備が必要であり測定に数時間を要するため、 穀物の生産者や輸送業者、保管業者、加工業者等の実需者は水分を評価するための 迅速な方法として水分計を採用している。

水分計による測定値は、質量、容積、温度、電気抵抗、静電容量、吸光度、電磁 波吸収量等の水分と相関のある物理的な単一量又は複合量の関数から算定されてい る。

本方法は農産物検査法の水分測定に用いることのできる水分計の型式を認可するための試験とその評価方法を規定する。

このため、精度水分測定の対象試料の水分状態がほぼ均質で安定している「静的 状態」の試料にのみに適用する。検定試験において、申請された型式の計器(以下 「被試験器」と略記する。)が規定された最大許容誤差内に収まることを要件とす る。

# 1 適用範囲

- (1) 要件:計量管理に関する計量要件 ①技術要件、②評価試験方法、③最大 許容誤差を規定する。
- (2) 適用:間接的に測定される物理量に基づいて水分を推定する水分計に適用する。
- (3) 試料:水分が均質化し安定したものを供試材料とする。水分分布が規定以上に広いもの及び変動している試料には適用されない。

## 2 用語

- (1) 供試材料:当該機器で測定対象(穀物及び油糧種子)とする試料のうち、 試験に供されるもの。
- (2) 順化:一定の温湿度環境下で計器又は供試材料が十分に馴染んだ状態。
- (3) 穀温:供試材料の温度。
- (4) 計器温:計器が感知している温度。
- (5) 測定誤差:計器による測定値と標準方法による測定値の平均値間格差。
- (6) 最大許容誤差:許容できる測定誤差の最大の数値(記号表記はMPE: MaximumPermissible Errorsの略記)。
- (7) 繰り返し性:一連の繰り返し条件の下(併行測定)での測定値の標準偏差。
- (8) 再現性:測定の再現性条件の下での測定値の標準偏差。

- (9) 外れ値:測定値の中で、規定された変動範囲から外れているもの(JIS Z  $8402-1\sim6$  参照)。
- (10) 基準温湿度条件:水分計の測定環境は20±2℃、60±10%R.H.とする(以下、「基準条件」と略記する。)。
- (11) 水分:供試材料中の水成分の含有率。湿量基準百分率で表記。 湿量基準百分率での水分は標準方法を採用し、乾燥前後の試料質量を以下 の式に代入して算定する。

$$M = \left[ \frac{W0 - Wd}{W0} \right]$$
ただし、 $M =$  水分(%、 $wb$ )
 $W0 =$  乾燥前重量
 $Wd =$  乾燥後重量

(12) 水分計:供試材料の水分を測定する計器。

### 3 表示分解能

計器の表示分解能は0.1%とする。

# 4 計量要件

- (1) 検定試験の基準条件:検定試験の基準条件は20±2℃、60±10%R.H.とする。(常温、高温、低温のそれぞれ地域条件を想定した条件)。
- (2) 標準方法:標準計測方法に定める105℃乾燥法。 基準温湿度条件下の測定とする。ただし、麦類は25±2℃、75±10%R.Hの 環境下又は基準温湿度条件下での測定値を当該条件に換算する。
- (3) 最大許容誤差:当該計器の実際の使用場所において許容される最大の誤差 の半分を想定する。供試材料のすべての評価試験において、供試される全水分 区分にわたっての最大の誤差を評価。
- (4) 検定試験のための最大許容誤差 (MPE)

(1)測定対象区分	(2) M P E	(3)繰り返し性	(4) 再現性
もみ、玄米、精米、小麦、	1.0%	0.4%	0.5%
大麦、はだか麦			
その他	1. 25%	0.5%	0.6%

(5) 供試材料の順化温度

供試材料は事前に指定された基準条件( $20\pm2$   $\mathbb{C}$ 、 $60\pm10$  %R. H.)に順化しておかなければならない。

# 5 技術的要件

(1) 供試材料の選択と水分調湿

試験機関は検定試験に先立って、機器の測定対象である試料の検査上重要水 分範囲(少なくとも6%以内の幅)と試験対象穀物を(少なくとも3種)を選定 しなければならない。選定された供試材料は以下の要件を満たすものとする。

- ア 経済的に重要性の高い試料(出回りの多い品種)
- イ 生産及び流通に関して、複数の地域で栽培されている試料あるいは多くの 地域に流通している試料
- ウ 標準方法に対する物理的特性が対象穀物の特徴を代表する試料製造事業者 は試験に当たって、上記の規定を満たす測定候補試料の必要数と検査上重用 とされる水分管理範囲内で、当該計器の測定可能な水分範囲を指定しなけれ ばならない。
- エ 標準方法による水分の併行測定値が0.2%以内の格差に収まる試料

### (2) 使用説明書

製造事業者は計器及びその付属品の据付、操作のための使用説明書を提供しなければならない。使用説明書は次の情報を含む。

- ア 製造事業者の名称及び住所
- イ 当該計器の型式
- ウ 使用説明書の版番
- エ 測定対象の識別名又は学名
- 才 測定範囲、穀物温度
- カ 当該機器の使用法又は修理についての問い合わせ先(機関名と住所,電話番号等)

使用説明書は当該計器の所有者若しくは使用者が用いる国の公用語又は試験 機関によって指定された言語で記述されなければならない。

# 6 試験実施の際の遵守事項

(1) 検定試験の試料

供試材料は水による浸漬又は水滴の噴霧等による調湿をしてはいけない。吸湿及び乾燥は雰囲気の温湿度環境下での水蒸気の移動のみによるものとする。 物理的特性に影響する履歴効果も調製のときに勘案しなければならない。

- (2) 文書類
  - ア その計器の測定原理の記述
  - イ 重要な部品装置、構成部品(特に電子部品及びその他の重要部品)にその 重要理由を付記したリスト
  - ウ 表示する出力の内容
  - エ 使用説明書、文書又は計器の設計及び特性が検定試験に適合しているという証拠(数年の経年変化データを含めて)
  - オ 計器の検定試験
- (3) 検定確認

試験機関は、①使用説明書の書類審査、②計器を目視点検、③精度評価(・ 正確さ評価、・繰り返し精度の評価、・再現性の評価)試験を実施し、許容可能 な性能を確認する。

(4) 試験報告書

被試験器に対する試験報告書は試験機関が様式を定める。検定試験に合格し

たか否かの情報項目を含んでいなければならない。不合格ならば、製造事業者 に個別のコメントを提供しなければならない。

年 月 日

農林水産省政策統括官 殿

住所 氏名又は名称 代表者氏名 印

農産物検査に関する検査機器の仕様確認申請書

下記の検査機器について、農産物検査に係る仕様確認の申請をいたします。

記

- 1 測定対象
- 2 対象農産物
- 3 型番
- 4 機器の仕様
- 5 試験データ等

# (記入注意)

- 1 測定対象は、水分、容積重のいずれかを記入
- 2 対象農産物は、国内産、外国産の別を付して記入